8 月 22 日 更新

SPring-8 シンポジウム 2016 ポスター発表要旨 目次

SPRUC 研究会

P-001 **マイクロ・ナノイメージングと生体機能研究会メンバーのアクティビティ**
マイクロ・ナノイメージングと生体機能研究会 ……1

P-002 **X 線トポグラフィ研究会の活動と研究紹介**
X 線トポグラフィ研究会 ……2

P-003 **放射光顕微分光による先端ナノ材料解析**
顕微ナノ材料科学研究会 ……3

P-004 **X 線スペクトロスコピー研究会の活動と最近の研究成果**
X 線スペクトロスコピー利用研究会 ……4

P-005 **SPring-8 放射光が解く表面界面構造**
表面界面・薄膜ナノ構造研究会 ……5

P-006 **結晶化学分野における放射光利用研究の現状**
結晶化学研究会 ……6

P-007 **X 線反射・全反射 XAFS 法によるソフト界面膜の構造研究**
ソフト界面科学研究会 ……7

P-008 **小角散乱研究会の活動**
小角散乱研究会 ……8

P-009 **環境･エネルギーに係わる残留応力評価と SPring-8 の有効利用**
残留応力と強度評価研究会 ……9

P-010 **キラル磁性・マルチフェロイックス研究会の活動**
キラル磁性・マルチフェロイックス研究会 …… 10

P-011 **SPring-8 の偏光特性を利用した磁気特性解明**
機能磁性材料分光研究会 …… 11

P-012 **運動量空間におけるスピン・電子密度科学研究会の活動**
運動量空間におけるスピン・電子密度科学研究会 …… 12

P-013 **構造物性研究会: 最近の研究成果の紹介**
構造物性研究会 …… 13

P-014 **固体分光研究の進展**
固体分光研究会 …… 14

P-015 **不規則系物質先端科学研究会**
不規則系物質先端科学研究会 …… 15

P-016 **高圧物質科学研究の現状**
高圧物質科学研究会 …… 16

P-017 **核共鳴散乱研究会 -核共鳴散乱法を用いた研究成果-**
核共鳴散乱研究会 …… 17

P-018 **量子ビームと計算物質科学**
理論研究会 …… 18

P-019 **放射光が切り拓く地球惑星科学研究**
地球惑星科学研究会 …… 19

P-020 **原子構造ホログラフィー再生とサイト選択的電子状態解析**
原子分解能ホログラフィー研究会 …… 20

P-021 **放射光 X 線透過画像の文化財分析への応用**
文化財研究会 …… 21

P-022 **放射光構造生物学研究会の活動**
放射光構造生物学研究会 …… 22

P-023 **機能性材料ナノスケール原子相関研究会**
機能性材料ナノスケール原子相関研究会 …… 23

P-024 **放射光赤外研究会の活動**
放射光赤外研究会 …… 24

P-025 **SPring-8 企業利用者の動向**
企業利用研究会 …… 25

P-026 **放射光を用いた薬物輸送と体内動態に関する研究会**
放射光を用いた薬物輸送と体内動態に関する研究会 …… 26

P-027 **光・磁性新素材産学連携研究会の活動報告**
光・磁性新素材産学連携研究会 …… 27

P-028 **高分子構造科学研究会のこれから**
高分子構造科学研究会 …… 28

P-029 **放射光を用いたその場計測研究会**
放射光を用いたその場計測研究会 …… 29

P-030 **コヒーレント X 線物質科学研究会**
コヒーレント X 線物質科学研究会 …… 30

施設・共用ビームライン

P-031 **SPring-8 加速器の現状**
JASRI 加速器部門 …… 31

P-032 **SPring-8 利用実験者向け制御システムの現状と計画**
JASRI 制御・情報部門 …… 32

P-033 **SPring-8 光源・光学系の現状**
JASRI 光源・光学系部門 …… 33

P-034 **構造物性 I グループの概要と活動状況**
JASRI 利用研究促進部門 構造物性 I グループ …… 34

P-035 **X 線非弾性散乱を利用した原子・電子ダイナミクスを通じた物質機能の解明（構造物性 II グループ）**
JASRI 利用研究促進部門 構造物性 II グループ …… 35

P-036 **バイオ・ソフトマテリアルグループの現状**
JASRI 利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ …… 36

P-037 **分光物性 I グループの活動、2015-2016**
JASRI 利用研究促進部門 分光物性 I グループ …… 37

P-038 **分光物性 II グループの現状**
JASRI 利用研究促進部門 分光物性 II グループ …… 38

P-039 **応用分光物性グループの活動報告**
JASRI 利用研究促進部門 応用分光物性グループ …… 39

P-040 **ナノテクノロジー利用研究推進グループの活動**
JASRI 利用研究促進部門 ナノテクノロジー利用研究推進グループ …… 40

P-041 **未踏研究領域開拓グループの概要**
JASRI 利用研究促進部門 未踏研究領域開拓グループ …… 41

P-042 **技術支援グループの活動**
JASRI 利用研究促進部門 技術支援グループ …… 42

P-043 **産業利用 I, II, II ビームラインの機器整備状況**
JASRI 産業利用推進室 …… 43

P-044 **タンパク質結晶解析ビームラインの現状**
JASRI タンパク質結晶解析推進室 …… 44

P-045 **SPring-8 の利用制度等について**
JASRI 利用推進部 共用推進課 …… 45

P-046 **SPring-8 における研究成果の管理・分析の取り組みについて**
JASRI 利用推進部 利用情報課 …… 46

P-047 **登録施設利用促進機関 JASRI における普及啓発活動**
JASRI 利用推進部 普及啓発課 …… 47

理研・専用ビームライン

P-048 **FSBL におけるソフトマター材料の階層構造評価**
フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体（BL03XU） …… 48

P-049 **分割型クロス・アンジュレータによる新しい測定技術の開発**
東京大学（BL07LSU） …… 49

P-050 **原子力関連施設の水素爆発防止ための水素再結合触媒**
日本原子力研究開発機構（BL22XU・BL23SU） …… 50

P-051 **量子科学技術研究開発機構専用ビームライン**
量子科学技術研究開発機構（BL11XU・BL14B1） …… 51

P-052 **台湾光子源 TPS と SP8 台湾ビームライン**
NSRRC（BL12B2・BL12XU） …… 52

P-053 **物質・材料研究機構ビームライン BL15XU の現状**
物質・材料研究機構（BL15XU） …… 53

P-054 **サンビーム BL16XU と BL16B2 の現状**
産業用専用ビームライン建設利用共同体（BL16XU・BL16B2） …… 54

P-055 **RISING Ⅱビームライン BL28XU の蓄電池分析技術**
京都大学（BL28XU） …… 55

P-056 **レーザー電子光ビームライン BL33LEP, BL31LEP の現状と今後の展開**
大阪大学　核物理研究センター（BL31LEP・BL33LEP） …… 56

P-057 **豊田ビームライン（BL33XU）の現状**
豊田中央研究所（BL33XU） …… 57

P-058 **先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン BL36XU の現状**
電気通信大学（BL36XU） …… 58

P-059 **生体超分子複合体構造解析ビームライン BL44XU の現状**
大阪大学　蛋白質研究所（BL44XU） …… 59

P-060 **兵庫県 BM ビームライン（BL08B2）の現状**
兵庫県（BL08B2） …… 60

P-061 **兵庫県 ID ビームライン（BL24XU）の現状**
兵庫県（BL24XU） …… 61

P-062 **理研・物理科学ビームライン III　BL17SU の現状と将来計画**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL17SU） …… 62

P-063 **理研物理科学ビームライン II　BL19LXU の現状と将来計画**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL19LXU） …… 63

P-064 **理研構造ゲノムビームライン I & II**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL26B1・BL26B2） …… 64

P-065 **理研物理科学ビームライン BL29XUL の現状**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL29XUL） …… 65

P-066 **理研ターゲットタンパクビームライン BL32XU の現状**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL32XU） …… 66

P-067 **BL43LXU: Next Generation Beamline for Inelastic X-Ray Scattering**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL43LXU） …… 67

P-068 **理研・物質科学ビームライン　BL44B2 の現状**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL44B2） …… 68

P-069 **理研構造生物学ビームライン I（BL45XU）**
理化学研究所　放射光科学総合研究センター（BL45XU） …… 69

JASRI 高性能化

P-070 **SPring-8-II 計画　光源開発現状報告**
田中　均　理化学研究所　放射光科学総合研究センター
後藤　俊治・渡部　貴宏　JASRI／理化学研究所　放射光科学総合研究センター …… 70

P-071 **SPring-8-II に向けた挿入光源開発の現状**
金城 良太・長谷川 照晃・貴田 祐一郎・田中 隆次 理化学研究所 放射光科学総合研究センター
備前 輝彦・清家 隆光・鏡畑 暁裕・久間 正之・岸本 輝・大橋 治彦 高輝度光科学研究センター
山本 樹 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 …… 71

P-072 **硬 X 線集光のための高性能部分回転楕円面ミラーの開発**
湯本 博勝・小山 貴久・大橋 治彦 高輝度光科学研究センター …… 72

P-073 **CdTe センサー及び窓型コンパレータ回路による 2 次元検出器の高性能化**
豊川 秀訓・佐治 超爾・川瀬 守弘・呉 樹奎・古川 行人 高輝度光科学研究センター …… 73

P-074 **MADOCA による実験計測システムの高性能化**
増永 啓康・阿部 利徳・松本 崇博・古川 行人・中田 謙吾 高輝度光科学研究センター …… 74

P-075 **繰り返し変形に対する 4D-X 線位相 CT の開発**
星野 真人 高輝度光科学研究センター …… 75

P-076 **顕微ナノイメージング分光法の開発**
新田 清文 高輝度光科学研究センター …… 76

P-077 **ナノビーム利用における精密安定化技術の開発**
高輝度光科学研究センター 大沢 仁志・鈴木 基寛 …… 77

P-078 **赤外ナノ顕微分光ビームラインの整備（BL43IR）**
高輝度光科学研究センター 池本 夕佳 …… 78

P-079 **微小試料精密マウント装置の整備**
平尾 直久・河口 沙織・大石 泰生・中村 哲也 高輝度光科学研究センター …… 79

P-080 **試料精密アライメントによるX線ナノ回折マルチスケールマッピング法の開発**
今井 康彦 高輝度光科学研究センター …… 80

P-081 **スリットレス小角 X 線散乱法を用いた μBeam USAXS 光学系の構築**
増永 啓康・加部 泰三・山崎 裕史・木村 滋 高輝度光科学研究センター …… 81

P-082 **高分解能二次元角度分解光電子分析器の開発**
室 隆桂之・松下 智裕 高輝度光科学研究センター …… 82

P-083 **コンプトン散乱を用いた非破壊内部観察法の開発**
伊藤 真義・櫻井 吉晴 高輝度光科学研究センター …… 83

P-084 **XRD・XRR・HAXPES による金属/SiC 界面反応層の評価**
小金澤 智之・石丸 哲・安野 聡 高輝度光科学研究センター …… 84

パートナーユーザー

P-085 **構造材料の 3D/4D イメージベース解析に関する研究**
戸田 裕之（九州大学） …… 85

P-086 **強相関電子系分子性物質の赤外顕微イメージング分光による電荷ダイナミクスの研究**
佐々木 孝彦（東北大学） …… 86

P-087 **粉末・多粒子 X 線回折による高速構造計測基盤の構築**
森吉 千佳子（広島大学） …… 87

P-088 Activities at BL02B1 in PU project 0078 for 2016
Bo B. Iversen（Aarhus University, デンマーク） …… 88

P-089 スピントロニクスデバイスを基盤としたナノ計測技術の開発と物質・材料研究への展開
白土 優（大阪大学） …… 89

P-090 大容量高圧装置を活用した地球および関連物質の高温高圧物性研究の推進
入舩 徹男（愛媛大学） …… 90

P-091 超高圧下におけるマントル・コア物質の融解相関係の決定
廣瀬 敬（東京工業大学） …… 91

長期利用課題

P-092 普遍元素を用いる高機能触媒の創製：先端放射光技術の包括的利用に立脚した触媒元素戦略の実現
高谷 光（京都大学） …… 92

P-093 メガバール超高圧物質科学の展開
清水 克哉（大阪大学） …… 93

P-094 Crystallographic Characterization of Extraterrestrial Materials by Energy-Scanning X-ray Diffraction
Michael E. Zolensky（NASA, アメリカ） …… 94

P-095 放射光メスバウア分光法と XRD を用いた地球内部物質中の鉄の電子状態
大谷 栄治（東北大学） …… 95

P-096 Laryngeal closure at birth in premature rabbit kittens
Stuart Hooper（Monash University, オーストラリア） …… 96

P-097 グリーンナノエレクトロニクスのための材料・プロセスインテグレーション ~超低消費電力次世代トランジスタ開発~
宮崎 誠一（名古屋大学） …… 97

P-098 P 型 ATPase の結晶構造解析
豊島 近（東京大学） …… 98

P-099 革新的機能性ゼオライトの設計を目的とした生成メカニズムの時分割原子・ ナノスケール解析
脇原 徹（東京大学） …… 99

P-100 量子ビーム実験・理論計算とデータ科学の融合による非晶質物質の体系的な理解
小原 真司（物質・材料研究機構） …… 100

P-101 外場によって誘起される原子・分子ダイナミクスのマルチモード時分割構造計測
青柳 忍（名古屋市立大学） …… 101

P-102 Orbital Magnetism on Dzyaloshinskii-Moriya Interaction
小野 輝男（京都大学） …… 102

P-103 クリーン・高効率次世代エンジン開発へのＸ線光学技法の適用：超高速燃料噴霧の形成メカニズム 解明及び理論モデル構築
文 石洙（産業技術総合研究所） …… 103

P-104 放射光 X 線を用いた自己組織化巨大球状錯体分子の単結晶 X 線構造解析
−30 の頂点を持つアルキメデス多面体（二十・十二面体）の化学分子合成−
藤田 誠（東京大学） …… 104

P-105 ナノ X 線顕微分光法を利用した分子環境地球化学的アプローチによるサステナブル科学の推進
高橋 嘉夫（東京大学） …… 105

P-106 Magnetic Compton scattering and Fermiology studies in high magnetic fields: Long term project
Jonathan A. Duff y（University of Warwick, イギリス） …… 106

P-107 サイト選択原子イメージングを基盤技術とした蛍光X線・光電子ホログラフィーの相乗利用研究領域の開拓・創成
林 好一（名古屋工業大学） …… 107

P-108 NRVS for structural definition of non-heme iron enzyme intermediates
Edward I. Solomon（Stanford University, アメリカ） …… 108

P-109 Nuclear Resonant Vibrational Spectroscopy to Reveal Fe-H/D Structures for Hydrogenase and Nitrogenase Model Complexes
Stephen P. Cramer（University of California, Davis, アメリカ） …… 109

P-110 V 型 CRISPR-Cas 系にかかわる Cpf1 の結晶構造
濡木 理（東京大学） …… 110

P-001

マイクロ・ナノイメージングと生体機能研究会メンバーのアクティビティ

[1] 東海大・工学部、[2] 東北大・多元研
[1]伊藤　敦、[2]百生　敦

1.　活動目的：

本研究会は、主に生体の高次機能解明のための構造観察を目的として、マイクロ・ナノイメージングをキーワードに、位相コントラストイメージング、3 次元観察のためのＸ線トモグラフィ、回折顕微法、特定元素の分布を明らかにする高分解能蛍光Ｘ線分析など、イメージング技術の開発、整備、生体試料観察への活用を目的としている。

2.　研究分野と成果：

メンバーは、用いるイメージング手法、研究対象によって非常に幅広い分野にわたっている。ここでは、以下のイメージング手法分野について、最近の成果をサーベイする。

1) 吸収イメージング：厚い試料の微細構造を高分解能で 3 次元観察する手法は、様々な生体試料に適用されている。例えば、硬骨魚類において口腔の奥に存在する咽頭歯の形態と機能を探るために、摂食時の動きを三次元動画として画像化し、同じ目に属する異なった咽頭歯をもつ 3 種の魚において、咽頭歯の運動様式の違いを明らかにした（八田ら）。また、ミクロ CT は植物の形態形成を個々の細胞の形から理解する研究にも利用された。峰雪らは、シロイヌナズナ乾燥種子の幼根-胚軸を構成する表皮・皮層・内皮細胞の輪郭を抽出し、体軸の横断面の大きさに各細胞層の細胞分裂と成長がどのように関与しているかを調べた。その結果、幼根-胚軸の横断面積の増大は細胞分裂による表皮・皮層細胞列の増加と、皮層細胞の横方向への成長が大きく寄与していることが示された。

2) 位相イメージング：生体は軽元素から構成される軟組織のため、その微小な構造変化は、吸収より位相に敏感に反映する。タルボ位相イメージング法を用いて骨細胞、骨細管、骨小腔などを画像化することにより、骨の成長や機能について新たな知見がえられた。松尾らは、耳のツチ骨の形成における軟骨内骨化の現象について、血管周囲の骨に骨小腔が分布している画像から、軟骨に侵入した毛細血管を中心としてその周りで骨形成が起こることを示した。また南郷らは、骨細胞、骨細管及びカルシウム濃度を画像化することによって、血中カルシウム低下時の新たな骨カルシウム溶解の機構として、骨細管に沿ってカルシウムが溶解し、毛細血管へ流出する機構を提案した。

　位相イメージングは未熟子ウサギの咽頭機能の可視化にも適用され、生まれた直後から 1 時間後の間声門と咽頭蓋が閉じた状態から開いた状態へと変化する過程が観察された（Crawshaw ら）。

3) 回折顕微法：凍結した水を含んだシアノバクテリアを試料として、回折顕微法による 3 次元観察（3 方向からの露光）が試みられた（Song ら）。内部構造が 23nm の分解能（2 次元分解能）で観察された。

3.　生体イメージングについての情報提供：

研究成果の他に、生体イメージングに有用な以下の 2 つの情報を提供したい。

1) APS での結像型 CT ビームラインの利用経験（水谷）：SPring-8 での同種ビームラインと比較して、性能、使いやすさなどについて報告する。

2) ERATO 百生量子ビーム位相イメージングプロジェクト（百生）：位相計測を基盤とした複数の量子ビームプローブ技術を連携的に使用して、生命科学研究にも大いに貢献できる高度イメージング技術を構築するプロジェクトについて紹介する。

P-002

X 線トポグラフィ研究会の活動と研究紹介

X 線トポグラフィ研究会
梶原堅太郎、志村考功、飯田敏
JASRI、大阪大、富山大

X 線トポグラフィは結晶中の高次構造、構造不均一の実空間分布を X 線の回折・散乱によってコントラストをつけて可視化しようとするイメージング手法である。結晶性物質内には単位胞から結晶の外形に至るまでの種々の階層レベルの空間スケールにおいて様々の高次構造が存在することが知られており、それらがその物質の示す特性・機能と深く係っている。高次構造の中でも特に、電子密度分布の差が小さく、X 線に大きな位相変化をもたらすような構造変化（例えば転位や積層欠陥のようなもの）を高いコントラスト比で且つ非破壊で可視化するときに威力を発揮する。

X 線トポグラフィ研究会は SPring-8 立ち上げ時の X 線トポグラフィビームラインサブグループを引き継いだ形で設立され、SPRUC への改編後も継続して活動を続けている[1]。本研究会の活動目的は X 線回折・散乱を用いたイメージング技術の開発・改良とその利活用に関する科学・関連工学を探求することである。先端的 X 線トポグラフィ技術の開発においては SPring-8 シンクロトロン放射光の大強度、高輝度、高エネルギー、高干渉性などの特徴を十分に生かし、空間分解能、コントラスト比の飛躍的向上を目指し、また、材料中の欠陥や格子歪み分布の非破壊三次元可視化技術の開発を行っている。また、その適用範囲を従来観察評価が困難であった有機結晶、極厚や極薄結晶(t>10mm,、100nm>t)、大面積ウェーハ(~300mm φ)、多結晶材料などにも広げている。

研究会の具体的な活動としては、X 線トポグラフィ及び関連技術に関する最新情報の交換と新規アイデアの醸成を目的とした研究会全体会合を年1回のペースで開催している[2]。インフォーマルな会合として、新しい検出器の使用報告や国際会議報告から最新の研究成果報告まで忌憚のない意見交換を行っている。また、この会合は Photon Factory の X 線トポグラフィーユーザーグループと共同で開催しており、これらの施設だけでなく、九州シンクロトロン光研究センターも含め国内の X 線トポグラフィに関する情報交換を行いその活性化に努めている。さらに、新規ユーザー向けの講習会の開催や日本結晶学会誌の特集号「X 線トポグラフィの進展」[3]にも協力し、その普及に貢献している。

SPring-8 における X 線トポグラフィ実験は、主に BL08B2、BL16B2、BL20B2、BL20XU、BL24XU および BL28B2 で実施されている。ポスター発表では、最近の研究成果として白色 X 線マイクロビームを用いた Mg-Zn-Y 合金の変形挙動の観察（図1）[4]や多波回折条件下における X 線トポグラフィ観察技術の開発[5]についても紹介する。

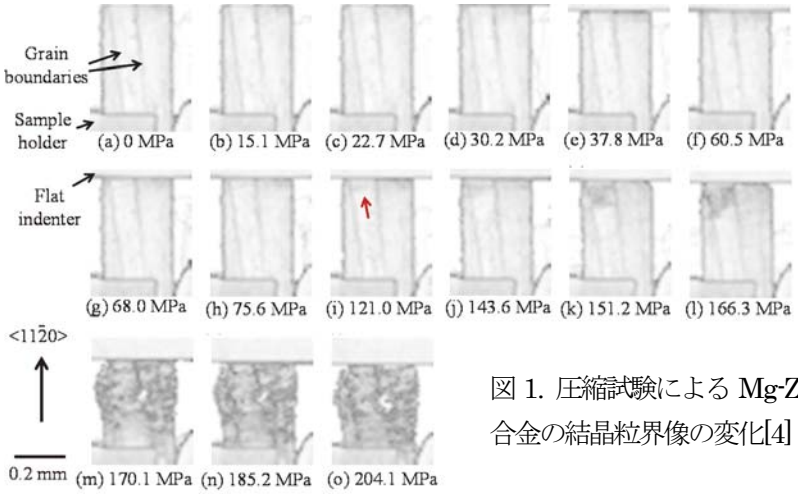


図 1. 圧縮試験による Mg-Zn-Y 合金の結晶粒界像の変化[4]

1) 飯田 敏、志村考功、梶原堅太郎、SPring-8 利用者情報、**13**, 50-55 (2008).
2) X 線トポグラフィ研究会ホームページ http://www-asf.mls.eng.osaka-u.ac.jp/Xtopo/wiki/index.php
3) 「特集 X 線トポグラフィの進展」、日本結晶学会誌、**54**, 1-58 (2012).
4) S. Kimura, K. Kajiwara, and T. Shimura, Jpn. J. Appl. Phys. 55, 038002 (2016).
5) Y. Tsusaka *et al.*, Rev. Sci. Instrum. 87, 023701 (2016).

P-003

放射光顕微分光による先端ナノ材料解析

顕微ナノ材料科学研究会
小嗣真人（代表：東京理科大）、渡辺義夫（副代表：AichiSR）
大河内拓雄、木下豊彦（JASRI）、朝倉清高(北海道大学)、大門寛（NAIST）

本研究会の目的は、顕微ナノ材料科学に関連する SPring-8 のビームラインに設置された装置群を十分に活用し、微小領域の物性を直接明らかにすることで、豊穣な研究を展開することである。これまで本研究会では、オーソドックスな光電子顕微鏡などの手法に加え、新しい光電子顕微鏡の開発も含めて、局所的な分光情報を得ることを大きな目的として研究会を運営してきた。また赤外顕微鏡の研究者にも加わっていただいて様々な議論を進めてきた。

- BL17SU においてはエネルギー分析型光電子顕微鏡（SPELEEM）を活用し、高い空間分解能（到達空間分解能 22nm）と多様な分光モードを用いた解析が行われている。本装置を用いて、ナノ材料をはじめとする基礎研究から隕石などの惑星科学の分野まで多彩な研究が展開されている。最近では、電磁鋼板における磁区構造を解析し、ランセット磁区構造の温度依存性からテンソル歪みの寄与を議論した。また惑星科学への新しい展開として、天然の永久磁石「Vredefort 花崗岩」中のマグネタイトに着目し、磁気履歴の復元に取り組んだ。さらには、スピントロニクスへの展開として、ホイスラー合金「$Co_2Fe_{0.4}Mn_{0.6}Si$」の磁気ディスクにおける磁区構造を解析した。Vortex 磁区をはじめて確認すると共に、ディスクの直径および厚さに依存することを明らかにした。その結果、磁区形成の起源が extrinsic pinning にあることが示唆された。

- BL25SU に設置された光電子顕微鏡（PEEM）装置では、励起源と放射光パルスを同期させた 50～100 ピコ秒分解能の時間分解（ポンプ＆プローブ）実験を展開している。フェムト秒パルスレーザーや静電場に加え、近年ではパルス電流・電圧や高周波など様々な励起ソースを導入してメゾスコピック系磁性体を中心としたダイナミクス観測を行っている。最近では、スピントロニクスへの展開として、パーマロイ磁気ディスクに高周波を印加し、磁気コアの gyration 挙動を時空間分解して解析している。ペアタグ構造に依存したカーリング挙動を捉えることに成功し、ディスクに微細構造を付与することで gyration の挙動が制御可能なことを示した。

- BL07LSU においては、回転楕円面メッシュ二次元表示型光電子分光装置（DELMA）の開発を行ってきている。この分析器は、光電子顕微鏡（PEEM）の機能を持つだけでなく、高エネルギー分解能で 2 次元光電子放出角度分布を 1keV 程度でも測定できる機能が付加されている。最近、試料を冷却できるようにマニピュレータを改造した。また、レンズを短くして全体をコンパクトにし、HAX-PES のビームラインでも測定できるように改造を行った。

- BL43IR では、赤外放射光の高輝度性を活かした顕微分光を行っている。通常市販の赤外顕微分光装置は、熱輻射光源であるグローバーランプを搭載し、近・中赤外をカバーする。赤外放射光は、近赤外から遠赤外までの広い波数領域に渡って高輝度であり、BL43IR も、近赤外から遠赤外まで（10000～100 cm-1、波長 1～100 μm）カバーする。また、赤外放射光は偏光特性を持っており、これらの帯域で利用可能である。従来、物理系の利用・成果が多く報告されているが、最近では医学系、化学系、産業利用などの成果も報告され、利用が拡大している。

また、本研究会は今年度も日本表面科学会放射光表面科学研究部会と合同でシンポジウムを開催する。開催地は東京理科大学の予定である。

P-004

X 線スペクトロスコピー研究会の活動と最近の研究成果

工学院大・東大
奥村和、山添誠司

1。放射光を利用したX線スペクトロスコピー（X線吸収分光法、蛍光X線分光法など）は、固体物性、材料・デバイス開発、触媒科学、環境科学、地球科学などの非常に幅広い分野における汎用性の高い研究分析ツールとして、産学界の多くの研究者に利用されている。他の放射光計測技術と同様にX線スペクトロスコピーでも高い時間・空間分解能をもつ計測法や他の計測技術と組み合わせた新しい同時計測法の開発が進められており、先端的な研究利用が進められている。しかし、それら計測技術や解析技術の利用者への普及は十分ではないのが現状である。本研究会は、最新計測技術を含むX線スペクトロスコピーを用いた高度利用研究の推進を図るとともに、SPring-8からの優れた成果の輩出に貢献することを目的とすしている。さらに、SPring-8 II を初めとする次期放射光光源で期待するビームライン性能やそこで展開する新しいサイエンスの提言を行うことにより、次期光源計画の推進に貢献することを目的とする。この実現に向けて、以下の活動を行っている。

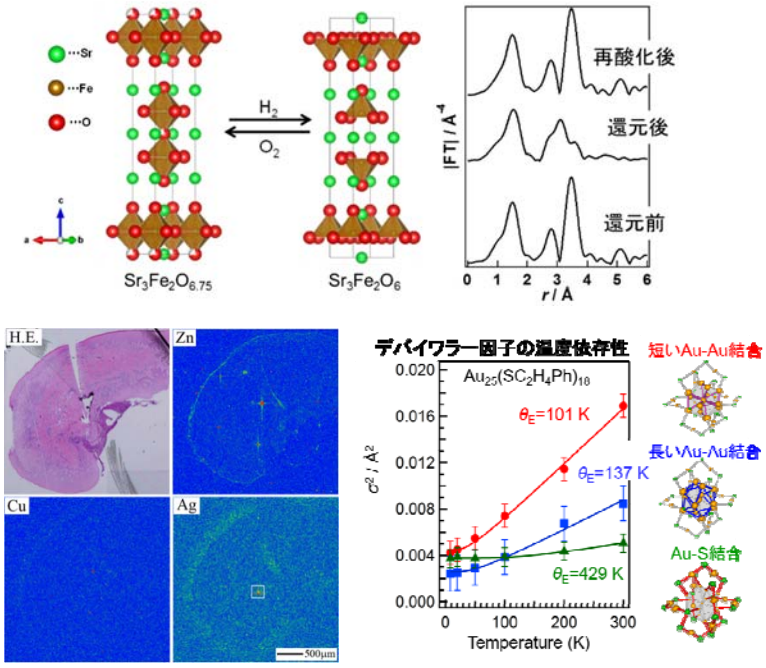
（1） X 線スペクトロスコピーの先端計測技術および解析手法のノウハウや得られた研究成果について、本研究会や学会等を通じて利用者および潜在的利用者に提供し、更なる利用研究の展開と利用者の拡大に貢献する。

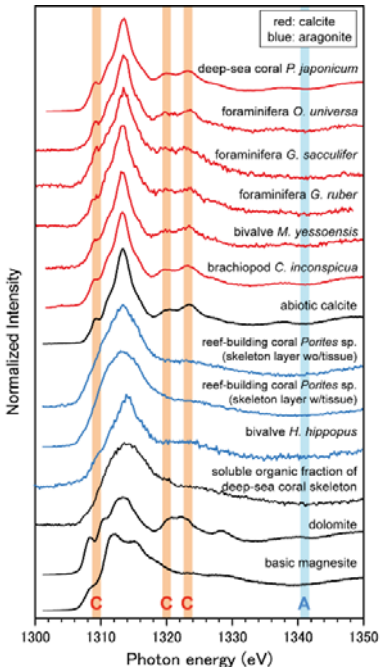
（2） 利用者サイドからの協力・提案や共同研究を積極的に行うことにより先端的X線スペクトロスコピー計測手法開発の加速に貢献する。

（3） X 線スペクトロスコピーのデータ解析においては、理論計算や相補的な分析研究手法により得られる情報を統合して解析することが極めて有効である。本研究会で、これらの研究に携わる研究者との研究交流・連携を行う場を設け、より深化した利用研究や境界領域研究の発展に貢献する。

（4） 日本XAFS研究会等と連携し、X線スペクトロスコピー関連ビームラインおよび次期放射光光源・ビームラインへの利用者の要望や新しい利用研究の提言を取りまとめ、施設側への働きかけを行う。

2。 本シンポジウムでは研究会参加研究グループにより行われた代表的な成果を報告する。生物起源炭酸カルシウムにおけるマグネシウムの化学形態（東大）、低温XAFSによる金属クラスターの物性測定（東大）、酸素貯蔵能を有する $Sr_3Fe_2O_{6.75}$ の酸化還元時における構造変化（京大）、病理組織中の微量金属元素の高エネルギーXRFによる分布分析（東京医科歯科大）、分子の柔軟性を利用して調製した触媒の構造解析（工学院大）などについて報告する予定である。





P-005

SPring-8 放射光が解く表面界面構造

[1] 高輝度光科学研究センター、[2] 量子科学技術研究開発機構
田尻寛男 [1]、高橋正光 [2]

1. SPRUC 表面界面・薄膜ナノ構造研究会のアクティビティ

本研究会は、固体表面界面や、そこに生成する低次元物質の構造や物性を研究対象としている。具体的には、よく規定された金属、半導体結晶および、酸化物結晶、有機結晶、触媒の表面層やその上に成長した薄膜、ナノスケール・デバイス材料などがこれにあたる。このような研究対象に対して、X 線の回折・散乱現象を利用してその構造を原子レベルの分解能で評価・解析する SPring-8 利用者からなる研究会である。主たる利用ビームラインは BL13XU（表面界面構造解析ビームライン）、BL09XU、BL11XU、BL15XU である。

現SPring-8からSPring-8次期計画までをつなぐ中期的な視点に立って、当該研究分野の発展に寄与していくことが重要であると認識している。第 1 期、2 期研究会では、研究会開催による研究成果に対する議論や情報交換に加え、ワイドバンド分光器の導入（BL13XU）による利用ビームの高フラックス化を実現した。さらに、 SPring-8 次期計画光源における表面回折・散乱実験のために必要な硬 X 線ビームラインの性能について、今後のたたき台となる試案作成などの活動を行った [1)]。

近い将来に実現することが期待される SPring-8 次期計画光源では、 コヒーレント光やナノ集光ビームおよび、フェムト・ピコ秒ビーム等多彩なビームが高輝度で利用できる。これらの諸ビーム性能について理解を深め、今後どのように表面回折分野で利用していくか議論し、意見をまとめると共に、現光源を活用した次期光源へと繋がる先駆的な研究を支援していく。

2. 利用ビームラインの高性能化と研究成果例

ビームライン BL13XU では、フレネル型の大口径集光レンズを導入することで表面回折の測定時間を短縮する高密度光利用環境が整備された。超薄膜のその場表面回折やナノ秒スケールの時間分解薄膜回折[3)]など既存の設備を活用した研究に加え、異常散乱等エネルギー分散型実験を効率化する光学系整備も進んでいる。

ビームライン BL11XU では、放射光 X 線を用いた窒化物半導体の分子線エピタキシー（MBE）成長過程のその場測定を目的とした装置が新規に導入された。同ビームラインでは、従来、GaAs などのヒ素化合物やアンチモン化合物用の MBE チェンバーと X 線回折計が一体化した装置を用いて、放射光 X 線回折による成長過程の研究が行われてきた [3)]。新たに製作された窒化物半導体 RF-MBE 装置は、X 線回折計とのインターフェースが従来のヒ素化合物 MBE と共通になるように設計されている。そのため、ビームライン光学系および X 線回折計は共通に使い、MBE チェンバー部分のみを交換することによって、窒化物半導体の結晶成長についてもさまざまな X 線測定をおこなうことができるようになった。適用例として、SiC 基板上の GaN 膜の初期成長の研究結果を紹介する。GaN の格子定数は SiC より大きいため、SiC 基板上の GaN 薄膜結晶は、横方向への圧縮歪を受けるはずである。ところが、放射光を用いた結晶格子の精密測定から、ナノスケールの GaN 薄膜結晶は、全体的に膨張する変形も伴っていることが明らかとなった。このような全体的な膨張は、5nm 以下の膜厚に相当する成長のごく初期において、Ga アンチサイトもしくは窒素アンチサイトの格子欠陥が導入されることに対応しており、放射光 X 線回折の結果から、欠陥密度を定量的に決定することができた [4)]。

参考文献

1） SPring-8 の利用促進に資する利用者の動向調査報告書 （平成 25 年度）
URL: http://www.spring8.or.jp/ext/ja/spruc/WG_report_201402.pdf

2）M. P. Cosgriff *et al.*, *Adv. Electronic Mater.*, **1**(2015) 1500204.

3） M. Takahasi, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **82** (2013) 021011.

4） T. Sasaki, F. Ishikawa and M. Takahasi, *Appl. Phys. Lett.*, **108** (2016) 012102.

P-006

結晶化学分野における放射光利用研究の現状

[1] *兵庫県立大学*・[2] *JASRI*・[3] *日本大学*
小澤 芳樹[1]・安田 伸広[2]・尾関 智二[3]

【はじめに】 X線結晶構造解析法により，分子の静的／動的構造，さらにその変化を時間的かつ空間的に高精度の分解能で立体的に観測することは，化学・材料科学の先端研究では非常に重要であり，放射光利用が必須である．化学結晶学が必要とされる研究分野は多岐にわたっており，エネルギー変換ー貯蔵，グリーンケミストリーを始めとする環境問題の解決に直結する合成手法の開発，物質貯蔵，医薬品といった化学反応や化学結合を生かした機能性物質の構造の解明に欠かすことができない研究手法となっている．

【研究会の目的】 化学系の研究者らが，主に単結晶X線回折実験装置の利用により： (1) 精密構造解析； (2) 物理的摂動による，励起，遷移，準安定状態，あるいは低温，高圧といった極限状態の結晶中の構造変化の直接観測； (3) 結晶相化学反応のその場観察； (4) 分子の構造ダイナミクスと構造物性相関の高精度解析； (5) 極微小単結晶および粉末回折法による構造解析，などの先端的な研究・実験を実施できるようにし、放射光利用実験の促進を目的としている．

【関連ビームラインの実験環境】 結晶化学分野で利用される，主なビームラインを以下に述べる．(1) BL40XU：アンジュレータ＋ゾーンプレート集光光学系による高輝度微小ビームで，サブミクロンサイズの単結晶の計測に利用されている．ω (-90～90 °)，φ (0～360 °), χ (45 °固定)の 3 軸ゴニオメータの導入により，高い completeness をカバーする結晶配置が可能で，単結晶試料だけでなく，ガンドルフィーカメラ法による多結晶試料からの粉末回折測定も実施できる（図 1）．(2) BL02B1：ミラーおよび湾曲モノクロメータ集光のビームと大型 IP/CCD 検出器の組み合わせにより，精密構造解析，X 線パルスと同期したレーザー光照射，電場，磁場の組み合わせによる物理的摂動による過渡的状態の回折実験が可能である．高エネルギーX 線を用いたダイヤモンドアンビルセル(DAC) による高圧単結晶 X 線実験設備も整っている．(3) BL38B1：構造生物用ビームラインであるが，自動サンプルチェンジャーを備え，回折計の距離が可変なことで，微小で不安定な巨大分子結晶のスクリーニングと効率的な X 線回折データ収集が可能である．

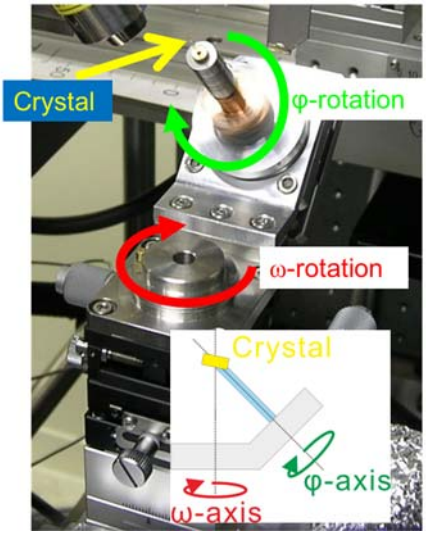


図1 Gandolfi camera サンプルステージ.

【最近の研究成果】単結晶構造解析用ビームラインを利用した，最近の結晶化学分野の研究成果は以下のとおり：水素結合によるカーボンナノチューブ様の一次元シクロパラフェニレンの構造決定 [1)]，水分子が関与する MOF–to–MOF 構造相転移を起こす亜鉛錯体 [2)]，ガンドルフィーカメラ法によるマグネシウム合金の熱膨張率の精密決定 [3)]，ホウ素で結合された二重ヘリセンの合成と構造 [4)]，π 電子系分子に基づくイオンペア集合体の構造 [5)].

参考文献

1) Y. Miyauchi, K. Johmoto, N. Yasuda, H. Uekusa, S. Fujii, M. Kiguchi, H. Ito, K. Itami, and K. Tanaka, *Chem. Eur. J.*, **2015**, *21*, 18900.
2) M. Ohtani, K. Takase, P. Wang, K. Higashi, K. Ueno, N. Yasuda, K. Sugimoto, M. Furuta and K. Kobiro, *CrystEngComm*, **2016**, *18*, 1866.
3) N. Yasuda and S. Kimura, *Mater. Trans.*, **2016**, 57, 1010.
4) T. Katayama, S. Nakatsuka, H. Hirai, N. Yasuda, J. Kumar, T. Kawai, and T. Hatakeyama, *J. Am. Chem. Soc.* **2016**, *138*, 5210.
5) H. Maeda, A. Fukui, R. Yamakado and N. Yasuda, *Chem. Commun.*, **2015**, *51*, 17572.

P-007

X線反射・全反射 XAFS 法によるソフト界面膜の構造研究

ソフト界面科学研究会
代表・瀧上隆智、副代表・矢野陽子

気／液、液／液などのソフトな界面は①変形と振動を受けやすい、②常に熱揺らぎ（表面波）状態にある、③界面とバルク間の分子の移動と濃度勾配を伴うなど、ハード（固体）界面とは異なっている点が多く特異的な場であると言える。そこに形成される膜構造は生体膜などの複雑なソフトマターの基本骨格をなしており、その構造と高度な機能との相関解明や、機能を再現する新規マテリアルの創製を目指すためには、ソフト界面膜の構造研究が必要不可欠である。

本研究会は、SPring-8 の高輝度放射光を利用した X 線反射（XR）・回折（GIXD）・吸収（XAFS）の手法を駆使し、ソフトな界面とそこに形成されるソフトな界面分子膜の構造と挙動を、あるがままの時空間でナノレベルでの計測・解析を可能とする基盤を構築し、それらを発展させてソフトな界面が関与する系の先端学問を創造することを目指している。

測定装置

1. 溶液界面反射・回折計（BL37XU）

図1は、BL37XU に設置の溶液反射・回折計の模式図である。実験ハッチに導入された X 線は、Ge(111)結晶の煽りにより入射角を調製され、試料セルの前に置かれた N_2gas イオンチェンバーにより入射光強度が計測される。試料セル後方に置かれたスリットは、溶媒からの散乱光を除去するために用いられている。界面からの反射光は、Cu-Al の減衰板を通して2次元ピクセル検出器（PILATUS）により検出される。

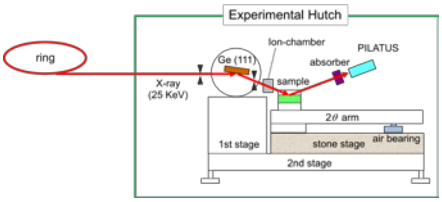


図1　反射・回折計概略図（BL37XU）

2. 液／液界面全反射 XAFS 測定装置（BL39XU）

図2に装置概略図が示されている。入射 X 線はダイヤモンド移相子により偏光面を調整され、シリコンの全反射ミラーにより下方へ振り下ろされる。X 線の入射角度は試料セル後方に設置された CCD による位置センサーを用いて正確に決定され、1mrad 以下の入射角に設定される。試料界面への X 線の照射により生じた蛍光 X 線の強度は、7素子の SDD により計測される。

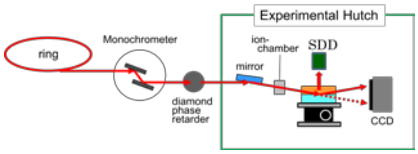


図2　全反射 XAFS 概略図（BL39XU）

成果の概要と今後の展開

油／水表面における不均一膜の XR 法による構造研究では、ハイドロカーボン（HC）－フルオロカーボン（FC）ハイブリッド鎖を有するアルコールが、FC アルコールの凝縮膜ドメインの境界線に吸着（界線吸着）し、ドメインサイズの低下やドメイン被覆率を上昇させることが明らかとなった。さらに一本鎖リン脂質（テトラデシルホスホコリン：C14PC）とコレステロール（Chol）の混合吸着膜では、staggered 配置した C14PC 分子の疎水鎖間に Chol 分子が貫入し密充填した凝縮膜や、膨張膜におけるドメイン形成が明らかとなり、生体膜ラフトの形成原理解明に向けた研究が展開されている。

気／液界面においては、タンパク質の界面変性のダイナミクスについての研究が行われている。タンパク質は両親媒性分子であるため、界面活性剤のように気／液界面に吸着する。水溶液中では疎水性部分を内側に折りたたんだ構造をしているが、気／液界面では構造変化することが XR 測定により明らかになった。現在は構造変化の要因ついて明らかにするためのアプローチをしている。

今後もセミナーやシンポジウムの開催などによる知識・情報の交換を活発に行い、計測の高速化や微小領域測定技術の開発などに取り組みながら、ユーザーの拡大および学-学、産-学の共同研究の展開を推し進める予定です。

参考文献

1)　S. Hiraki, T. Uruga, T. Takiue, et al., *Colloids and Surfaces A*, 482, 454–463 (**2015**)
2)　K. Mitani, T. Uruga, T. Takiue, et al., *J. Phys. Chem. B*, 119, 12436–12445 (**2015**)

P-008

小角散乱研究会の活動

京都大学[1]，*理研*[2]
竹中幹人[1,2]、杉山正明[1]

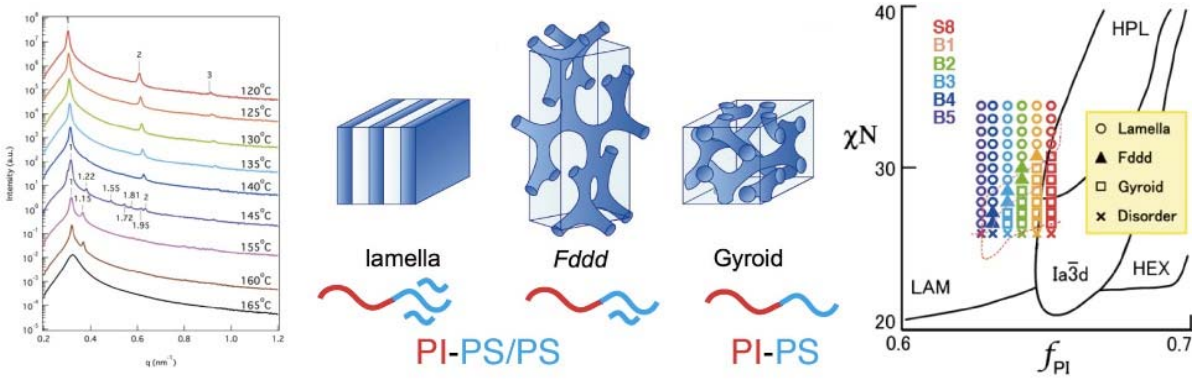
小角散乱研究会は、タンパク質の溶液中の構造やその集合体構造、ミセル系、高分子をはじめとする各種ソフトマターの構造と機能、金属・半導体材料のナノ構造を、小角散乱法を用いて解析する研究者の情報交換の場としての役割を担っている。現在のところメンバーの数はおよそ670名に上っている。メンバーの研究分野は大学や公的研究機関の研究者ばかりでなく、産業界の研究者も多くメンバーに入っており、この研究会は異分野融合による新領域の創出、産官学による協力体制の一助になっていると考えている。また、メンバーの中には小角中性子散乱法による構造解析を行っている研究者の方もおられ、X 線小角散乱と中性子小角散乱の相補的利用によって、いままで明らかにする事の出来なかった多成分系の構造や組成の位置決定などもこのグループにとって大きな目標の一つと考えられる。特にASAXS法や、コントラスト変調小角中性子散乱法などの相補利用などはこれからの有力な多成分系の構造解析のツールになると考えられる。

2014年度に引き続き、2015年度もフロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン、高分子薄膜・表面研究会、高分子科学研究会との共催で「光・X線・中性子 弾性散乱現象の物理— ソフトマター物質科学・材料科学への応用 —」というタイトルでワークショップを開催し、京都大学名誉教授橋本竹治先生に以下の様なスケジュールで小角散乱に関する連続講義を行っていただいた（写真）。

第10回ワークショップ
時間：平成27年8月4日
場所：東京工業大学大岡山キャンパス
　粒子間干渉効果
　　Zernike-Prins, Debye-Mencke の式
　　Sticky Hard Sphere モデル　等
第11回ワークショップ
時間：平成27年10月28日
場所：姫路市民会館
　パラクリスタル格子・超格子の回折
　　１次元パラクリスタル
　　３次元パラクリスタルの格子因子　等今回の

SPring-8シンポジウムでは、研究会のメンバーによる最近の研究成果について報告する予定である。

Fddd structure in polystyrene-*block*-polyisoprene diblock copolymer / polystyrene homopolymer blends



P-009

環境･エネルギーに係わる残留応力評価と SPring-8 の有効利用

残留応力と強度評価研究会
横浜国立大学　秋庭　義明，日本原子力研究開発機構　菖蒲　敬久

安全･安心な社会の構築には，機械構造物の合理的な設計が要求される．そのためには，要素部材内の応力･ひずみの分布を把握することが重要である．本研究会の目的は，複雑な構造要素内部の応力･ひずみを高精度かつ非破壊的に測定する技術を開発することであり，実働部材中の欠陥や変形損傷の評価を行うことである．これらの技術は構造物や新素材を設計法の開発に寄与するものであり，本研究会は産業界に対して，技術支援，広報活動を行っている．そして現在，以下のビームライン（BL）で材料強度評価に関する研究が実施されている．

	偏向電磁石	挿入光源	白色
一般共用 BL	BL02B1		BL28B2
産業利用 BL	BL16B2	BL46XU	
JAEA 専用 BL		BL22XU	BL14B1
SUNBL	BL16B2	BL16XU	
豊田 BL		BL33XU	

一般共用，及び産業利用 BL では，その場や時分割測定など，実環境を想定した応力評価が主に実施されており，SUNBL，及び豊田 BL では，構造物の健全性を中心とした残留応力評価が主に実施されている．そして JAEA 専用 BL ではその両方，かつより難しい計測技術開発，その応用が展開している．

環境･エネルギーにおける応力評価の役割は非常に大きい。例えば、自動車の車体の軽量化は省エネルギー社会の実現に必要不可欠とされているが、そのためには出来るだけ薄いボディーが要求され、そのためには高強度高延性金属材料開発が必須となる。また、このような薄い材料に対する表面加工、接合技術に対しては応力分布が構造物の健全性に大きく影響する。

当日は，環境･エネルギーに関連の深い研究成果を紹介する。

P-010

キラル磁性・マルチフェロイックス研究会の活動

キラル磁性・マルチフェロイックス研究会
井上克也（広島大学）、大隅寛幸（理研）

物質が示す旋光性は、光が横波であることに起因する極めて直接的・基礎的な偏光現象である。ふつう単に旋光性と言う場合はキラリティ―に由来する光学活性を指すが、ファラデー効果等の磁場または磁化によって生じる旋光性も知られている。両者の違いは、空間反転対称性の破れと時間反転対称性の破れの違いとして理解される。近年、空間反転対称性と時間反転対称性が共に破れた系で期待される、電気的性質と磁気的性質が結びついた新しい物質機能に大きな関心が集まっているが、その発現機構の理解には原子と磁気モーメント双方の絶対配列の情報が不可欠である。当研究会は、放射光の優れた偏光特性がキラリティ―と磁気モーメントの極めて強力なプローブとなることに着目し、関連する実験技術や利用研究成果の情報交換を通して、新規放射光利用分野を開拓することを目的として活動している。

放射光を利用した磁気物性測定技術としては、元素選択的な情報が得られる磁気分光実験や磁性電子の運動量密度分布の情報が得られる磁気コンプトン散乱実験等があるが、本研究会は偏光Ｘ線回折を主たる実験手法として、下記の研究分野の実験・研究を行う研究者・大学院生の参加により運営されている。

（１）**キラル磁性体**

結晶構造または磁気構造あるいは両者がキラルな磁性体の研究

（２）**電気磁気効果**

キラル磁性体・マルチフェロイックス物質の誘電性と磁性の交差相関により発現する電気磁気物性の研究、磁気キラル光学活性や非相反的方向二色性等の光学的電気磁気効果の研究

（３）**多重秩序の結合とダイナミクス**

低対称な結晶における、誘電性・磁性・弾性という物質の基本３機能（多重秩序パラメーター）の結合とダイナミクスの研究

（４）**測定技術**

上記研究を発展させるための偏光Ｘ線を用いた回折実験技術の開発研究

本研究会は、上記のサイエンス・実験技術に関心を持つ、物理・化学、理論・実験の研究者が分野横断的に連携体制を築いている点が特徴であり、SPring-8 におけるキラル磁性・マルチフェロイックス研究分野の中心的役割を担うべく、ユーザーの利用動向調査、測定装置に関する提言、研究会の定期的な開催、関連学会での情報発信等を行っている。

本シンポジウムでは、偏光Ｘ線回折実験と走査型顕微測定を組み合わせることによって、通常の方法では観察困難なキラリティードメインや反強磁性ドメインの観察を実現したＸ線顕微鏡[1]を紹介する。当初、偏光依存性が顕著な禁制反射を用いて暗視野像を得ていたため、本手法の適用には空間群に関する制約があった。最近、入射Ｘ線の偏光変調に同期した回折強度変化をロックインアンプで位相敏感検出することで、非禁制反射の利用が可能になったので、それについても紹介する予定である。

参考文献

1）大隅寛幸，有馬孝尚，日本放射光学会誌，**29**，143-149（2016）.

P-011

SPring-8 の偏光特性を利用した磁気特性解明

機能磁性材料分光研究会
中村哲也、竹田幸治、鈴木基寛、河村直己、松田 巌、木村昭夫

磁性材料は代表的な機能性材料であり、スピン状態やナノスケールの磁気相互作用に起因してその機能が創出される。既存磁性材料の特性を飛躍的に向上させるため、さらには、これまでに無かった革新的な新材料を見出すためには機能の起源を明らかにすることが不可欠である。放射光の優れた偏光特性を活かしたX線磁気光学効果は極めて強力で直接的な磁気プローブとして活用されており、本研究会では放射光による磁性体の研究に関する実験と解析の両面から情報交換や研究協力を促進し、SPring-8 を利用した研究成果の質・量の向上を図ることを活動目的とする。平成 27 年度までの第 2 期を終え、平成 28 年度より第 3 期の活動に入った。

【活動報告】

① 2015 年 9 月 14 日、九州大学 伊都キャンパス（先導研 CE41 会議室）にて、SPring-8 シンポジウム 2015 に合わせたサテライトミーティングを開催した。このミーティングは、機能磁性材料分光研究会、固体分光研究会、顕微ナノ材料科学研究会の合同開催とした。BL07LSU、BL17SU、BL23SU、BL25SU、BL39XU の各ビームラインにおける最新情報について、以下の報告が行われた。参加者は 14 名と少数であったが、活発な議論が行われた。

・はじめに　木村昭夫（広島大学）
・走査軟X線MCD顕微鏡の開発状況について（BL25SU）　小谷 佳範（JASRI）
・二次元角度分解光電子アナライザーの導入について（BL25SU）　室 隆桂之（JASRI）
・BL39XU の現状（BL39XU）　鈴木基寛　（JASRI）
・磁場中軟X線RIXSの開発と成果について（BL07LXU）　宮脇 淳（東大物性研）
・希薄磁性トポロジカル絶縁体のXMCD（BL23SU）木村昭夫（広島大学）
・光電子顕微鏡（PEEM）装置の現状と動向（BL17SU, BL25SU）大河内拓雄（JASRI）
・動向調査の議論

【研究成果】

BL23SU における内殻吸収磁気円二色性（XMCD）観測システムを用いて、トポロジカル絶縁体 $(Sb,Bi)_2Te_3$ に磁性元素クロム（Cr）を含んだ磁性トポロジカル絶縁体の Cr だけでなく、いわゆる非磁性原子である Sb や Te にも微小な磁気モーメントが存在し、強磁性発現に大きな役割を担っていることを明らかにした[Mao Ye *et al.*, Nat. Commun. **6**, 8913 (2015).]。この研究成果により、外部磁場を必要としない量子ホール効果を室温で実現するために必要な指針を与えるとともに、トポロジカル絶縁体を利用した次世代の超低消費電力スピン・デバイス等の開発につながっていくことが期待される。またポスター発表では、巨大な負の垂直磁気異方性を示す Fe/W の界面における W と Fe の磁気モーメントが互いに反並行に結合していることを、W 吸収端の XMCD によって明らかにした BL39XU における研究成果[Y. Matsumoto *et al.*, IEEE Transactions on Magnetics **51**, 1 (2015)] について紹介する。

P-012

運動量空間におけるスピン・電子密度科学研究会の活動

運動量空間におけるスピン・電子密度科学研究会
代表：櫻井浩（群馬大）、副代表：松田和博（京都大）

本研究会は、スピン・電子の運動量密度分布の知見に基づき、物質中の量子状態の解明や、量子状態の理解を基に物質機能を制御する研究の発展と支援に関わる活動を行う。

1）研究対象物質を広く求め、他の実験手法や理論研究とも協力することにより、これまで本研究会で進展させてきた運動量空間を通した量子状態の解明と物質機能の発現解明などの基礎的研究の進展

2）高エネルギーX 線の高透過特性とコンプトン散乱の特性を生かした社会が求める新しい計測技術の開発

の２つの視点で広範な研究者を糾合し、将来研究に向けて基盤技術を開発すべく協同する。これを実行するにあたり、以下のようなテーマを設定した。

１．量子状態イメージング： 強相関電子系、高温超伝導、電気化学現象などにおけるフェルミ面、スピン・軌道状態などを視覚化し、その機能発現を研究する。

・重い電子系化合物 YbT_2Si_2 (T= Co, Rh, Ir) における量子臨界現象と SDW モデル・KBD モデル
（A. Koizumi *et al.*, 国際共同研究）

・ペロブスカイト酸化物 $LaCoO_3$ におけるスピン状態遷移について。Co3d 電子の対称性の変化を直接観測
（Y. Kobayashi *et al.*, JPSJ **84**, 11476 (2015)）

・非調和熱振動効果に関して。LiF の実験との比較による理論の高精度化
（A. Erba *et al*, PRL **15**, 117402 (2015), 国際共同研究）

・$PdCrO_2$ における磁気フラストレーション、短距離秩序と常磁性フェルミ面
（B.David *et al.*, Sci. Rep. **5**, 12428 (2015)、長期課題）

・Li イオン 2 次電池内部の Li イオン濃度分布のオペランドな測定
（K. Suzuki *et al*, J. Appl. Phys. **119**, 025103(2016), 国際共同研究, 2016 年 1 月 13 日プレス発表）、

・Li イオン 2 次電池の電極反応に寄与する電子軌道（K. Suzuki *et al*, PRL **114**, 087401 (2015), 2015 年 2 月 4 日プレス発表）（JST 研究成果展開事業（先端計測分析技術・機器開発プログラム））

など

２．極限状態観察： 超臨界状態、高エネルギー密度状態、非平衡状態にある物質の特性を解明し、極限状態を利用したプロセス応用に発展させる。

・燃焼気体の密度と温度計測
（H. Sakurai *et al.*, J. Synchrotron Rad. **23**, 617-621 (2016), 2016 年 2 月 19 日プレス発表）

・溶融ホウ素の電子状態（J. Okada *et. al*, PRL **114**, 177401 (2015), 2015 年 4 月 20 日プレス発表）

・流体アルカリ金属の電子状態（運動量密度＆プラズモン励起）
（K. Matsuda *et al.*, AIP Conf. Proc., **1673**, 020004 (2015)., K. Kimura *et al.*, JPSJ **84**, 084701 (2015).）

など

３．基盤技術開発： 次世代高エネルギーX線分光技術を支える高分解能X線検出器の開発や磁性研究に不可欠な高エネルギー円偏光X線生成デバイスの検討を行う。

・スピン選択磁化曲線・軌道選択磁化曲線とメスバウアー効果の磁場依存性の比較
（A. Agui *et al.*, JMMM **408**, 41-45(2016)）

・コンプトン散乱における多重散乱シミュレーションプログラム MUSCAT の開発
（M. Brancewicz *et al.*, J. Synchrotron Rad. **23**, 244-252 (2016)）

など

P-013

構造物性研究会： 最近の研究成果の紹介

広島大学、高輝度光科学研究センター[1]
黒岩 芳弘、木村 滋[1]

構造物性研究会は、物理学、物質科学・材料科学、化学、地球・惑星科学、環境科学に係わる様々な物質群、また、それらによって形作られるナノ・メゾ構造および複合材料の産み出す新規な物性現象の機構解明を実現するための研究者集団であり、SPring-8 ユーザー共同体において継続して設置が承認された。SPring-8 における構造物性研究のコアとなることを目指して第二期においても活動を行っている。本研究会の主な活動内容は、

1）SPring-8 のパルス特性を利用した外場と同期した時分割測定による構造ダイナミクスの研究
2）単結晶構造物性・粉末構造物性研究
3）低エミッタンスを利用した薄膜化した材料の構造物性研究
4）光照射下やデバイス化した材料の動作環境下での物性同時測定
5）高圧・極低温下での物質探索を目指した構造物性研究
6）測定・解析法のルーチン化による、物質開拓を目指したユーザーの取り込み

などである。構造物性研究を必要とするサイエンスとそれに最も適合した実験手法を議論し、それらを SPring-8 の高度化への要望として提言していきたい。また、SPring-8 次期計画にある高品質ビームを使った新しい構造物性研究の可能性についても議論していきたい。

上記のような本研究会の活発的な活動により、先導的な構造物性研究を実現し、様々な材料・物質群の構造物性の普遍的な研究技術基盤を創り出すことにより、研究分野や材料の異質性を解消し、分野の横断的融合を目指している。

今回のポスター講演では、2）単結晶構造物性・粉末構造物性研究の話題として、いくつかのグループで行われているペロブスカイト型機能性材料に関する最近の研究成果について紹介する。

例えば、大阪府立大学の研究グループ（山田幾也、八木俊介ら）は、15 万気圧・1000℃の超高圧高温条件で合成された異常高原子価 Fe^{4+}イオンを含有する四重ペロブスカイト型酸化物 $CaCu_3Fe_4O_{12}$ が、酸素発生触媒として既存触媒材料を凌駕する優れた活性と高い耐久性を持つことを明らかにした。[1] $CaCu_3Fe_4O_{12}$ が持つ特異な局所結晶構造や、Cu・Fe・O からなる緻密な共有結合のネットワークが、それぞれ優れた活性・耐久性の起源であると考えられている。

神奈川大、大阪府大、京都大の研究グループ（本橋輝樹、久保田佳基、陰山洋ら）は、酸素貯蔵材料 $BaYMn_2O_{5+\delta}$の高温結晶構造を調べた。[2] 本物質は温度・雰囲気変化に応じて多量の酸素を高速可逆に吸収放出することから、酸化還元触媒など様々な環境・エネルギー分野への応用が期待されている。750℃で酸素濃度を変えながら酸素吸収放出時の in situ 回折実験に成功し、酸化還元種である Mn の配位環境と酸素吸収放出サイトに隣接する Y 周りの局所構造が顕著な酸素貯蔵能発現の鍵となっていることを明らかにした。

参考文献

1) “Covalency-reinforced oxygen evolution reaction catalyst”, S. Yagi, I. Yamada, H. Tsukasaki, A. Seno, M. Murakami, H. Fujii, H. Chen, N. Umezawa, H. Abe, N. Nishiyama, and S. Mori, *Nature Communications* **6**, 8249 (2015).
2) “Remarkable oxygen intake/release of $BaYMn_2O_{5+\delta}$ viewed from high-temperature crystal structure”, T. Motohashi, T. Takahashi, M. Kimura, Y. Masubuchi, S. Kikkawa, Y. Kubota, Y. Kobayashi, H. Kageyama, M. Takata, S. Kitagawa, and R. Matsuda, *The Journal of Physical Chemistry C* **119**, 2356 (2015).

P-014

固体分光研究の進展

固体分光研究会
関山 明、今田 真、曽田一雄

固体分光研究会では、SPring-8 としては比較的低エネルギー領域に属する赤外から真空紫外線・軟X線を経て硬X線までの高輝度光を利用した新しい固体スペクトロスコピーを開拓することを目的としている。なかでも、光電子分光法は固体の電子状態を直接的に明らかにする重要な手法であり、これまでに SPring-8 において世界的にも最先端の軟 X 線・硬 X 線光電子分光研究が行われてきた。今年度は、強相関電子系の電子構造研究に対する新しい光電子分光法の開発、熱電材料開発への利用、および、新規材料に対する放射光マイクロビーム分光の利用を紹介する。

強相関電子系の電子構造に関するバルク敏感高分解能光電子分光法による研究

不完全 4*f* 殻を有する強相関電子系の希土類化合物は 4*f* 電子と伝導電子との相互作用によって多彩な磁気的･電気的特性を示し、これらの物性発現の解明には、4*f* 基底状態を明らかにすることが重要である。この課題に対し、大阪大学の関山グループは、バルク敏感高分解能硬 X 線光電子分光とその二色性を利用して新しい分光法を開発し、その有用性を示してきた。最近の成果を紹介する。

バルク敏感光電子分光法を用いた新規熱電材料の電子構造と熱電特性に関する研究

エネルギーの有効利用に向けて高い効率や安全性を備えた新規な熱電材料の開発が望まれている。熱電材料を利用する際には、熱電能と電気伝導度が高く、熱伝導度が低いという、一見相反する特性を持つ材料や p 型と n 型の２つの材料の開発が必要である。バルク敏感光電子分光法を用い、Fe 基ホイスラー型合金、ハーフホイスラー型合金など、いくつかの候補（母）材料の電子構造、特に、フェルミ準位近傍の電子構造とともに、p 型 n 型作製のための組成制御による電子構造変化を明らかにする研究を紹介する。

新規創製微小物質の電子構造に関する放射光マイクロビームの利用研究

新規に作製された材料は、通常の評価法に必要な大きさや均質性に欠けることが多い。例えば、ダイヤモンド・アンビル・セルなどの高圧発生装置を用いる超高圧合成法で合成された新規物質は約 0.1 mm と微小であり、合成物質の評価は、X線回折(XRD)法による結晶構造分析やラマン分光以外ほとんど行われてこなかった。SPring-8 の高輝度性を活かしてマイクロビーム硬X線や軟X線を使った光電子分光法および赤外顕微分光法によって超高圧下で新しく合成された新材料の電子構造と化学状態の評価を紹介する。

P–015

不規則系物質先端科学研究会

広大院総合科、高輝度光科学研究センター[A]
梶原行夫、尾原幸治[A]

＜概要＞

本研究会は、液体や非晶質／ガラスなど「構造が不規則な物質」を研究対象として集まったグループであり、現在（2016 年 6 月）の会員数は約 230 名である。基礎的／学問的な問題意識の研究から、結晶ではない機能性材料の特性評価、性能向上という応用研究に至るまで、ターゲットは多岐にわたっている。また実際の実験手法としても、X線回折（BL04B2、BL08W）、X線小角散乱（BL04B2）、X線異常散乱（BL13XU）など通常の構造解析手法から、コンプトン散乱（BL08W）による電子状態測定、あるいは、非弾性X線散乱による格子（BL35XU、BL43LXU、BL07LSU）／電子（BL12XU）のダイナミクス測定と多くの方法が用いられている。これら SPring-8 内の研究手法に対する測定環境の充実、測定手法の技術やスループットの向上を目指している。また J-PARC などの中性子利用手法、あるいは電子顕微鏡、NMR や Raman 散乱手法などとの組み合わせにより、構造と物性の相関性を多面的に調べるための議論を進めている。

近年の重点活動としては、①液体／非晶質へのダイナミクス測定手法の活用、②原子二体分布関数（PDF）を用いた局所構造解析手法の新規展開、を2本の柱として行っている。

本シンポジウムでは最近の研究成果を 2 件紹介する。

＜紹介する研究内容＞

【次世代硫化物ガラス電解質の構造解明】（JASRI・尾原ら、使用ビームライン BL04B2）

プラグインハイブリッド自動車や電気自動車における走行距離を伸延させるため、搭載されているリチウムイオン電池の電気容量や安全性の向上、小型化を目指し、リチウムイオン電池に使用されている電解液を固体電解質に変えた、全固体電池の開発が活発に行われている。種々の固体電解質の中でも、リン導入硫化物（Li_2S-P_2S_5 系）ガラスは、高いイオン伝導率（イオンの移動のし易さ）を示し、材料の組成（混合比率）ならびに構造の乱れ具合によってリチウムイオン伝導率が異なることが知られているものの、そのリチウムイオン伝導のメカニズムやイオン伝導率を左右する要因は未だ不明でした。本研究グループは、①ラマン分光、②高エネルギーX 線回折、③中性子線回折、④第一原理理論計算・逆モンテカルロ計算等のシミュレーション技術等の複数の解析技術を相補的に組み合わせることにより、硫化物ガラスのイオン伝導に寄与する因子を明らかにした。

【IXS 測定による液体水－メタノール混合系のメゾスコピックゆらぎの観測】（広島大・梶原ら、BL35XU）

水－アルコール混合系は、特異な熱力学的性質を示すことが古くから知られている。この異常の起源としてこの組成に於けるクラスレート構造の存在や、両物質の特殊な混合様式が提唱されてきたが、直接的な実験証拠はなく議論は完結していない。一方梶原らのグループでは近年、超音波と IXS(非弾性 X 線散乱)を併用した音速測定による新たな「ゆらぎ」測定手法を提唱している。この手法を液体水－メタノール混合系に適用し、全組成／温度領域の測定を行った。この結果、本混合系に於ける異常性は、実は水単体の「ゆらぎ」に由来するものであり、混合状態とはあまり関係がないことがわかった。またこの解釈は、他の水－アルコール混合系においても成り立つ一般的なものであることがわかった。

研究会活動の詳細は HP 参照　http://home.hiroshima-u.ac.jp/dismat/index-j.html

P-016

高圧物質科学研究の現状

高圧物質科学研究会

綿貫徹(代表・量子科学技術研究開発機構)、松岡岳洋(副代表・岐阜大学)

物質科学において構造物性研究は欠くことができない．現在の放射光を用いた様々な測定技術，特に高圧発生とその下での測定技術の向上は，物質科学研究の舞台を温度・圧力条件において拡大してきたがそれにとどまらず，観察可能な物理現象の範囲を拡大したといえる．これらは，この分野に興味を持つ研究者の裾野を広げることにも成功した．つまり，これまで高圧力を用いなかった様々な分野から多くのユーザーを迎え入れてきた．ここで，放射光や高圧を用いた研究を行っているユーザー間において，最先端の研究成果やその技術情報の共有が必要となってきた.

本研究会は、メンバー間および研究会間の技術共有に対して中心的な役割を果たすことを主目的としている．本研究会を通じて，高圧物質科学研究の高度化と新分野の開拓，新しい放射光測定技術および高圧発生技術の開発の可能性を探っていき，メンバーによってSPring-8を中心に推進される高圧物質科学の最先端研究に資することを目指す.

高密度状態における物性現象には未踏な領域が多く残されている．特に最近では、超高圧領域で硫化水素が非常に高い転移温度の超伝導を示したことで、高圧が脚光を浴びている。それ以外でも、圧力の印加による新たな物性発現とその解明を目指すツールとしての高圧技術に加えて，たとえば鉄系超伝導体の圧力効果に見られるように，圧力を物質内の原子間距離を変化し電子状態を制御するツールとして注目されている．また，アルカリ金属で観測されている逐次構造相転移に見られるような複雑系への相転移或いは金属-半導体転移といった，直観的な自由電子模型では説明できない，新たな電子状態の出現を反映した現象の解明にも有効である.

このような背景から，本研究会においては，高圧物質科学研究に対してX線回折による静的結晶構造解析を基盤とし，吸収，発光，非弾性散乱，核共鳴散乱などによる様々な電子状態，磁気構造，格子振動などの測定技術への適応に注力してきた．また，高圧物質科学研究会はメンバーの一部外部資金を投入して，上記の研究の遂行のために複合的な分光測定装置の開発，試料取り扱い装置の整備と技術提供実験室装置の支援等，それらを利用するためのビームライン横断的な支援活動や複数のビームラインを同時に利用するような実験体系の検討を進めている.

高圧物質科学研究会(本研究会)は地球惑星科学研究会との共催で継続的に合同研究発表会を開催してきた．ビームラインの現状・整備計画，進展した最新技術による成果，将来研究の方向性等に関する報告や提案を通して，活発な意見交換を行っておりSPring-8で展開されている高圧科学現状の共通理解と今後の展開について多くの役割を果たしている．本年度もSPring-8シンポジウムのサテライトミーティングとして開催する.

ポスター発表では，BL10XUにおけるハッチ改造と測定装置制御機器のアップデートにより得られた実験効率の向上を報告する。これに加えて，硫化水素の超高圧下結晶構造の同定（BL10XU），そして超伝導状態の硫化水素の結晶構造と化学組成についての第一原理計算の結果（BL10XU），H_2OのX線照射による分解と圧力の関係の研究（BL12XU）を紹介する。

P-017

核共鳴散乱研究会　— 核共鳴散乱法を用いた研究成果 —

代表（名古屋工業大学工学研究科）、副代表（京都大学原子炉実験所）
壬生　攻、瀬戸　誠

核共鳴散乱法を用いた研究は、JASRI 共用ビームライン BL09XU、QST 専用ビームライン（旧 JAEA 専用ビームライン）BL11XU を中心に、BL35XU、BL19LXU、BL10XU なども用いて展開されている。BL09XU では、主として、（1） 核共鳴散乱時間スペクトル測定法を通じた固体の電子状態の研究、（2） 放射光吸収メスバウアー分光法によるメスバウアーエネルギースペクトル測定を通じた固体の電子状態の研究、（3） 核共鳴非弾性散乱法によるフォノンエネルギースペクトル測定を通じた固体の格子振動状態の研究、（4） メスバウアー遷移の超単色性を利用した準弾性散乱測定を通じたガラスや液晶のスローダイナミックスの研究などが行われている。一方、BL11XU では、（5） 核ブラッグモノクロメータを用いたメスバウアーエネルギースペクトル測定を通じた固体の電子状態の研究などが行なわれている。これら電子状態や格子振動状態の研究に加え、測定要素技術を含めた核共鳴散乱測定手法の高度化研究も行われており、物性研究と測定手法開発研究を両輪として、研究が活発に展開されている。

ここ 1、2 年の特筆すべき成果は、以下の通りである。まず、BL09XU の核共鳴散乱時間スペクトル測定法や放射光吸収メスバウアー分光法を用いた電子状態の研究は、測定の容易さからこれまで多く利用されてきた ^{57}Fe 核以外に、^{40}K 核、^{61}Ni 核、^{83}Kr 核、^{151}Eu 核、^{174}Yb 核などに対しても積極的に利用され始め、酸化物薄膜、表面吸着、ナノクラスターなどに関する研究のみならず、電池材料の研究など実用レベルの研究においても貴重な実験手段となりつつある。核共鳴非弾性散乱法を用いた固体の格子振動状態の研究は、酵素や超伝導物質などに応用され、注目度の高い論文として多々公表されている。準弾性散乱測定の成果としては高分子におけるスローダイナミクスに関する研究が挙げられる。また、核共鳴励起を用いて超低励起エネルギー原子核の励起エネルギーや半減期を精密測定する試みも行われている。一方、BL11XU での核ブラッグモノクロメータを用いたメスバウアーエネルギースペクトル測定法は、専ら ^{57}Fe 核を含むバルク試料や薄膜試料に対して用いられている。地球内部構造解明のための高圧下での測定も行われ、興味深い成果が得られている。薄膜試料に対しては、埋もれた界面の局所構造・局所磁性の測定や電圧・電流印加中の非平衡状態での測定も試みられている。このビームラインでは円偏光光源の利用の道も開かれ、試料中の磁気モーメントの方向が入射光の方向に対して平行か反平行かをサイト選択的に調べることができるようになった。その他、測定手法開発研究で特筆すべき成果として、内部転換電子測定による吸収メスバウアー分光法の高効率化の実現や検出器の高度化などが挙げられる。

研究会メンバーの数や新規ユーザー数も順調に増加しており、定例の研究会への参加者は、大学の物性・物質科学研究者、企業の物質応用研究者、国立研究所の計測系研究者、大学の素粒子・原子核物理学研究者など多岐にわたっている。インパクトファクターの高い国際学術誌への論文掲載やプレスリリースの件数も増加している。これらの事実は、核共鳴散乱法という実験手法が物質・物性研究の実用的な手段として定着してきたことを示すとともに、今後より広い研究分野に拡がっていく可能性を秘めた実験手法であることを示している。

P-018

量子ビームと計算物質科学

兵庫県立大学・物質理学研究科・フロンティア機能物質創製センター
量子科学技術研究開発機構(QST)・量子ビーム科学研究部門・関西光科学研究所・放射光科学研究センター・量子シミュレーション研究グループ(SPring-8)
坂井徹
東京理科大学理学部
遠山貴己

理論研究会は、物性理論を中心として、強相関電子系・表面物性・低次元物性・分子性導体・量子スピン系・磁性・ナノサイエンスなどさまざまな分野にまたがるメンバーから構成され、これまでは主に各分野の実験研究グループの研究会などに参加して、個々にコミュニケーションをとって共同研究を進めてきた。しかし、神戸に「京」コンピューターが建設されて以来、同じ兵庫県にある SPring-8 の理論グループとしては、大規模計算科学と量子ビーム科学の連携という形で、東海の J-PARC も含めて、国内の大規模科学研究のひとつのコミュニティ形成を進める機運が高まり、実験・理論の連携・協力体制は、今まで以上に重要となっている。また近年では、ひとつの物質の理論解析にも、第一原理電子状態計算と量子モンテカルロシミュレーション、テンソル・ネットワーク法、エンタングルメント繰り込み群法などを併用するなど、理論研究だけを取っても、手法や研究グループを超えた共同作業も増えてきている。このような背景のもと、我々SPring-8 周辺の理論グループでは、理論研究会の世話人として、手法を越えたグループ間の情報交換や、理論と実験のコミュニケーションを重要視する研究活動を展開している。そこで、今後さらに多くの研究グループとの新しい連携・協力体制を推進する目的からも、このシンポジウムの場を借りて、現在の理論グループの研究内容を紹介し、少しでも多くの方々に知っていただくとともに、共同研究のご提案をいただけたら幸いである。

本発表では、SPring-8 の日本原子力研究開発機構・量子シミュレーション研究グループ、兵庫県立大学・物質理学研究科および東京理科大学理学部で進められている、理論研究のうち、以下のような成果について報告する。

[1]高温超伝導体の共鳴非弾性X線散乱(RIXS)と非共鳴非弾性X線散乱(NIXS)
[2]スピンフラストレーション系の新奇な磁場誘起相転移
[3]粘土鉱物における Cs の吸脱着機構解明
[4]第一原理に基づいた van der Waals 相互作用計算法の開発

参考文献

1) T. Tohyama, K. Tsutsui, M. Mori, S. Sota, and S. Yunoki, Phys. Rev. B 92 (2015) 014515.
2) K. Tsutsui, E. Kaneshita, and T. Tohyama, Phys. Rev. B 92 (2015) 195103.
3) T. Nomura, J. Phys. Soc. Jpn. 83, 064707 (2014).
4) H. Nakano, Y.Hasegawa and T. Sakai, J. Phys. Soc. Jpn. 84 (2015) 114703.
5) T. Ikeda, Clay Science 18 (2014) 23.
6) T. Ikeda and M. Boero, J. Chem. Phys. 143 (2015) 194510.

連絡先: 坂井徹
兵庫県立大学物質理学研究科・フロンティア機能物質創製センター
量子科学技術研究開発機構・量子ビーム科学研究部門・関西光科学研究所・放射光科学研究センター・量子シミュレーション研究グループ/SPring-8 内
TEL: 0791-58-0151(兵庫県立大)0791-58-2638(SPring-8)、E-mail: sakai@spring8.or.jp、URL: http://cmt.spring8.or.jp/

P-019

放射光が切り拓く地球惑星科学研究

地球惑星科学研究会
芳野極*（岡山大学）、瀬戸雄介*（神戸大学）ほか（講演者）

本研究会は、高圧地球科学・地球外物質科学・岩石鉱物科学・地球化学などの研究分野に属するメンバーから構成されており、地球惑星科学分野における諸現象を解明するために、放射光を利用した研究が行われている。例えば高圧地球科学分野では、大型マルチアンビルプレスやレーザー加熱ダイヤモンドアンビルセルといった高圧力発生装置を駆使して地球深部の高温高圧条件を実験的に再現し、同時に放射光 X 線をプローブとしたその場観察をすることによって、極限状況における多様な物性測定が行われている。また高圧実験試料だけでなく、地球起源の天然試料や隕石・宇宙塵といった地球外の貴重・希少な極微細試料に対しても、SPring-8 における放射光 X 線を用いた測定が必要不可欠な手段となっており、X 線回折やラジオグラフィー・トモグラフィー測定、蛍光分析などの極微解析手法を用いた研究が行われている。

地球および太陽系物質の起源・構造・進化を解明するため、近年では高圧条件でのアコースティック・エミッション測定、変形実験や振動実験などの手法が導入され、極限環境での複合物性測定が成果をあげている。さらに最近では X 線ラマン散乱法、高分解能 X 線非弾性散乱、X 線発光分析、X 線メスバウアー分光法を地球深部物質に応用する試みも始まっており、SPring-8 の研究をベースとした地球惑星科学研究の新展開が大いに期待されている。本発表では高圧地球科学の研究に焦点を絞り、最近の研究から以下のトピックを取り上げて発表する。

⑴マイクロビームを用いた極高圧発生への挑戦

マルチメガバールという言葉が使われるようになって久しいが、400 GPaを超えるような超高圧領域は今なお静的圧縮実験にとって大きなフロンティアであり、外惑星やスーパーアースの内部領域を解明するうえで重要な技術目標である。このような極高圧環境の実験的な再現を目指して、集束イオンビーム加工機を用いて作成したマイクロアンビルによる、2段式加圧ダイヤモンドアンビルセル(DAC)の技術開発が行われている。この装置によって、通常の1段式DACでは到達不可能な高圧力領域の発生に成功しつつある。講演では2段式加圧DACの開発の現状、特にBL10XUのマイクロビームで実現された発生圧力および圧力分布の評価などについて紹介する。

⑵アコースティック・エミッション(AE)測定法の技術開発と沈み込むスラブへの応用

沈み込むスラブ内領域で起こる稍深発性地震は二重地震面を形成するが、その原因としてアンチゴライト(含水層状ケイ酸鉱物)の脱水現象が関与していると考えられている。ただし、最近の研究では、アンチゴライトの脱水に伴う AE 現象は検出されないという結果も報告されており、詳細は不明である。このような背景を踏まえ、スラブを構成する岩石の半脆性破壊の挙動を再評価するために、BL04B1 に設置された D-DIA 型変形装置に最適化した AE 測定装置の開発が行われている。講演では開発した装置の概要と、予備的な実験結果を報告する。

⑶X線非弾性散乱を用いた地球核条件下での鉄・鉄合金の音速測定

地球の最深部にある内核は、現在でも実験的な再現が最も難しい温度圧力領域であり、特に化学組成については不明な点が多い。内核の組成を解明することは、現在の地球の内部構造を描像するだけでなく、地球の形成史を読み解く上でも重要である。そのためには核を構成している鉄や鉄合金に対して、高温高圧条件下で音速測定を実施し、観測に基づく地震学的モデルと直接比較することが、有力なアプローチである。そこでレーザー加熱式DACとX線非弾性散乱測定(BL35XU)を組み合わせた高温高圧条件下での音速測定手法の技術開発を行い、温度条件3000 K、圧力条件163万気圧までの条件下で鉄や鉄合金の音速データの取得に成功した。講演では、鉄-ニッケルや鉄-軽元素系合金の最新の測定結果を示すと共に、地球核の組成に関する議論の詳細を紹介する

P-020

原子構造ホログラフィー再生とサイト選択的電子状態解析

原子分解能ホログラフィー研究会
松井文彦、八方直久、細川伸也、大門寛、松下智裕、林好一

原子分解能ホログラフィー研究会では無機・有機からバイオの広範な研究分野に対して、試料作製からホログラフィー測定・理論解析と、網羅的な研究体制を構築してきました。その成果として26年度から、顕微ナノ材料科学研究会と連携し、文部科学省・科学研究費助成事業の新学術領域研究「3D活性サイト科学（代表：大門寛）」を立ち上げ、SPring-8 に共通基盤装置を建設・運営して高度な実験環境を整え、領域研究を推進しています。デバイスの低損失化で重要な Si 中の As ドーパントの局所原子構造と電子状態を明らかにする成果やバイオ系試料のホログラフィー測定に初めて成功するなど進展がありました。今回のポスター講演では、最近の蛍光X線ホログラフィーと光電子ホログラフィーの最新成果について報告します。

生体分子系の機能発現には、金属元素が重要な役割を果たしています。例えば、血液中のヘモグロビンではFeが酸素の運搬を行っています。また、植物の光合成においては、タンパク質中に含まれるMnが、水の分解反応を担っています。このような機能の発現機構を解明するためには、金属元素周辺の局所構造解析が重要となります。そこで、ヘモグロビン単結晶の蛍光X線ホログラフィー実験を行いました。しかし、従来の無機材料を測定するためのセットアップでは、生体試料を透過したX線が後方の機器で散乱され、大きなバックグランドとなることが問題となりました。試料後方の機器をできるだけ少なくするためにサークル型回転ステージを用いたセットアップを構築しました。その写真を図１に示します。これにより良好なホログラムを得ることができ、その内容はRev. Sci. Instrum. 誌に掲載されました [1]。

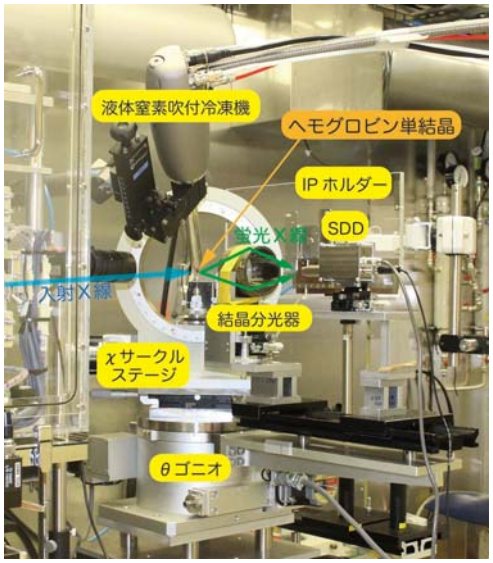


図１ SPring-8 BL39XU に設置したバイオ系試料のための蛍光Ｘ線ホログラフィー測定装置。

円偏光励起光電子回折を基礎にした原子立体写真は光から光電子へ角運動量が受け渡される現象を利用した直接的な構造解析法ですが、共鳴 Auger 電子にも角運動量が渡されるという新しい現象を発見しました [2]。回折の円二色性を詳細に調べることにより、原子軌道磁気量子数に関する情報を計測できることを示しますた。磁性や化学反応など、「実際にどの原子軌道 m_ℓが活性を担うか」という情報を引き出す新たな測定法として展開中です。

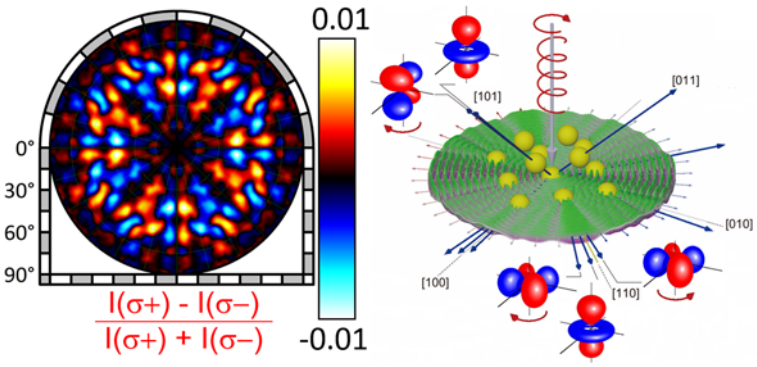


図２ SPring-8 BL25SU にて測定した Cu LMM 共鳴 Auger 電子回折の円二色性。前方収束ピークの回転の様子から始状態の価電子帯の原子軌道の情報を引き出せる。

参考文献： [1] A. Sato-Tomita, *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **87** (2016) 063707.
[2] F. Matui *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **114**, (2015) 015501.

P-021

放射光 X 線透過画像の文化財分析への応用

文化財研究会
中井　泉・阿部善也（東理大・理）・四角隆二（岡山市立オリエント美術館）・田中眞奈子（東京藝大）

1. はじめに

X 線を使って文化財の内部を観察することは、古くから行われている。このとき、X 線に平行性の良い放射光を用いると、極めて高分解能の透過画像を得ることができる。特に SPring-8 の高エネルギー放射光を用いると、その高い透過力を利用して、金属器の内部までも高精細に観察できる。以下に、文化財研究会メンバーによる最近の成果を紹介する。

2. X 線透過画像によるバイメタル剣の研究

バイメタルは、2 種類の金属を組み合わせた金属製品である。イラン北部において、青銅器時代末から鉄器時代移行期に特徴的なバイメタル剣は、有茎式鉄剣に失蠟鋳造を組み合わせた高度な技術が用いられる。これまでの実験の成果から、バイメタル剣には、中実構造柄剣と、「中空」構造柄剣が存在することがあきらかになった。2015 年 A 期には、バイメタル剣の青銅柄に用いられた素材銅の起源を探るべく、BL08W にて実験を行った。HE-SR-XRF を応用した微量重元素分析を行った結果、CAC 系銅合金分析用標準物質に対して、Sn や Sb、Bi といった重金属に対して、ppm～セミ ppm レベルでの検出が可能であることが確認された。この知見を受けて、バイメタル剣の柄と柄頭部分を分析したところ、わずかではあるが重元素の含有量に違いが確認された。この結果から、X 線イメージングで確認された「有茎式鉄剣に対し、柄と柄頭を複数回にわたって鋳ぐるみを行った」際、起源の異なる青銅が用いられた可能性を指摘できる。2015 年 B 期には、製作技法の系譜を明らかにすることを目的に、BL28B2 で前2千年紀末から前 1 千年紀初頭の青銅剣とバイメタル剣の 2 次元透過画像・CT画像撮影を行った。結果、カスピ海南西岸でバイメタル剣に先行する青銅剣は、有茎式青銅剣に「中空」構造柄を組み合わせたものであることが判明した。後続するバイメタル剣とは型式学的に異なる把頭飾をもつものの、技術的な系統関係が類推された。今後、バイメタル剣製作技術の復原に向け、検討を行っていく。（四角隆二（岡山市立オリエント美術館）八木直人、伊藤真義、上杉健太朗、星野真人（JASRI）、野島 永（広島大学）、増渕麻里耶（東京文化財研究所））

3. 放射光 X 線 CT を用いた鉄文化財の研究

鉄内部の非金属介在物は加工に影響された配列をするため、破壊分析で配列を調べれば鉄文化財の製造方法を推定することが出来る。非破壊分析手法としては X 線透過撮影や CT 撮影が一般的であるが、通常のエネルギーでは鉄の厚さの影響で内部の微細構造を観察することは難しい。SPring-8 BL08W で得られる 116keV の高エネルギーX 線を用いれば、鉄文化財のより詳細な内部微細構造を確認出来るのではないかと考え、2012B 期より実験に取り組んでいる。前報では、公益財団法人徳川ミュージアム所蔵の火縄銃の放射光 X 線透過撮影を通じて、象嵌や目釘、機関部の構造だけでなく、鋼と鋼の接合面や非金属介在物の配列も一部確認出来たことを報告した。その結果を受け、2015A 期及び B 期に、放射光 X 線 CT 撮影による鉄文化財の内部構造の 3 次元的観察を行った。具体的には、金属組織の明らかな火縄銃断片や日本刀断片、和釘などを BL08W で分析した。その結果、鉄鋼文化財内部の非金属介在物の配列を 3 次元的に明らかにすることが出来、鉄鋼文化財の製造方法の解明のための非常に重要な情報を得ることが出来た。同時に、J-PARC でパルス中性子透過実験と CT 撮影にも取り組んでおり、今後、総合的な解析と鉄鋼文化財の体系的な分析へと進める。（田中眞奈子（東京藝術大学）、永田和宏（東京工業大学）、徳川眞木（徳川ミュージアム）、伊藤真義（JASRI））

4. X 線透過画像による油彩画の分析

BL20B2 で油彩画の透過画像を撮影した。BL20B2 は中尺ビームラインで、光源から 200 m 以上離れていることから、大面積の単色 X 線ビームが得られ、面積の大きな絵画の分析に適している。試料の絵画を電動ステージに立てて搭載し、後ろに二次元 X 線検出器（視野 12 cm 角）を設置し透過画像を得た。目的元素の吸収端の前後で X 線透過画像を撮影し、その差を算出することで、試料中の元素分布を得ることができる。12 cm 角の 範囲の画像を 1 回とるのに必要な時間は約 5 分であり、非常に迅速な測定が可能で、画家の筆使いがわかる高精細な画像が得られた。（中井泉、平山愛里、阿部善也（東理大・理）、八木直人、上杉健太朗、星野真人（JASRI）小野慎之介（東美））

P-022

放射光構造生物学研究会の活動

放射光構造生物学研究会
栗栖源嗣、熊坂崇

構造生物学は、生体高分子やそれらが集合した超分子複合体の立体構造を原子レベルの解像度で明らかにし、その情報から生命現象を解明する研究分野である。使われる構造解析手段のなかでも、放射光X線結晶解析は解像度や対応できる分子サイズにおいて他と比べても優れた手法であり、多くの解析に貢献してきた。しかし一方で、対象となる分子の種類は膨大であり、画一的な手続きだけでは解明が難しい。現に、進化により生命は多様性であり、ヒトのタンパク質だけで 10 万種類とも言われる。そのタンパク質一つ一つはその形も性状も異なっており、分子構造と機能を解析して生命の全貌を精密に描き出すために、解析手段の正常な進化も大切である。

そこで、本研究会では、本研究会は、設立時の研究概要にもある通り、SPring-8 と構造生物学研究者を繋ぐ役割を担い、放射光構造生物学のさらなる発展を目指すことを目的としている。参加メンバーの特徴として、他施設はもちろん、SPring-8 内でもJASRI (BL41XU, BL38B1)、理研 (BL32XU, BL26B1, BL26B2)、阪大蛋白研 (BL44XU)そして台湾ビームライン(BL12B2)と、設置主体の異なる複数のビームラインに利用が分散し、また産業界からも活発な利用があるなど、多岐にわたっている。こうした状況を踏まえ、相互の情報交換を行いつつ、結晶回折法以外に活用できる放射光を利用した手法を紹介することも行っている。

活動内容:

1） 構造生物学関連のビームラインを活用して得られた研究成果の情報発信

SPring-8 の HP を通じトピックスとして以下のような発信を行った。

「自然免疫応答における細胞質センサーNOD2 受容体の構造解明」、「アミノ酸排出輸送タンパク質 YddG がアミノ酸分子を輸送するしくみ」、「ゲノム編集のための新たな「はさみ」のかたち –CRISPR-Cpf1 の構造解明-」、「肺線維症治療に向けた核酸医薬を開発」、「細菌の分泌装置蛋白質の構造を原子レベルで解明！-生命に普遍的な ATP 合成酵素の起源は細菌の毛や毒針?-」、「白質消失病の発症機構 -大脳白質「消失」の鍵を握る巨大タンパク質の立体構造を解明-」、「コレラ菌が胆汁を目指して泳ぐしくみを解明 -世界を脅かす感染症:コレラの予防へ向けて-」、「甘味タンパク質の高甘味度化に成功 -低カロリータンパク質性甘味料の更なる有効利用に期待-」、「新しい蛋白質の構造が細菌の薬剤耐性のカギを解く」、「抗がん剤の作用メカニズムの『鍵』を原子レベルで解明 -より効果の高い抗がん剤の開発に繋がると期待-」、「染色体中での紫外線損傷 DNA の認識機構を世界で初めて解明 -皮膚がん発生のメカニズムの理解、治療法確立への重要な成果-」、「細胞膜を越えるたんぱく質輸送の新たな機構を解明 -通り道を塞ぐキャップを開閉して制御 細胞内における基本的な生命現象の理解へ-」、「ハタ科魚類のウイルスの構造を解明」、「糖分を細胞内に輸送する膜たんぱく質の立体構造と動きを解明 -肥満やがんの抑制策に役立つ新たな知見-」、「ウイルスが、増殖を抑制するはたらきを持つインターフェロンから逃れるメカニズムを解明 -ヒトパラインフルエンザウイルスなどの治療薬開発が可能に-」、「ゲノム編集のための「小さなはさみ」のかたち -小型 CRISPR-Cas9 の立体構造を解明-」、「細菌の大規模改変を可能にする新技術の確立 -巨大分子輸送 ABC トランスポーターの全構造と輸送機構を解明-」

2) 情報提供や意見交換の場としての研究会会合の実施

昨年は徳島市にて第 4 回を、今年は 6 月 10 日に福岡市にて第 5 回となる研究会を開催した。関連ビームラインの現状報告に加え、30 keV 近傍のビームを使う超高分解能測定環境の紹介、最近話題の測定法である Serial Synchrotron Crystallography の開発状況、顕微分光の開発、また溶液散乱ビームラインからサイズ排除クロマトグラフィーを併用した測定法について話題提供を行うとともに、それらに関する議論を行った。2015A 期から始まったタンパク質結晶解析分野の L1 分科に特化した新しいビームライン運用制度に関する意見交換も引き続き行うとともに、次期光源を視野に入れた新しい技術に関する活発な議論が行われている。

今後も継続して、学会年会やシンポジウムに合わせて研究会を開催し、SPring-8 とユーザーとの情報交換を密にする機会を提供しつつ、SPring-8-Ⅱ計画や光源性能を活用した新分野創生に関する議論を継続していく。

P-023

機能性材料ナノスケール原子相関研究会

機能性材料ナノスケール原子相関研究会　代表、副代表
脇原 徹（東京大学）、小野寺 陽平（京都大学）

機能性材料ナノスケール原子相関研究会は、セラミックスを中心とした機能性材料（ガラス、融体、ナノ粒子、ナノ構造材料等）を研究対象とし、ブラッグピークの有無に依存しない原子レベルの相関からナノスケールまでの構造解析によって、材料の機能と構造を結びつける新しいサイエンスを創出・展開することを目的として2012年9月に発足した。

研究手法は、BL04B2を利用した高エネルギーX線全散乱を主体としており、これに基づく二体分布関数（PDF）解析および実験で得られた構造因子を再現する構造モデルの構築を行う。また、研究対象によっては、中性子全散乱、XAFS、X線異常散乱（AXS）等を併用し、さらに近年では、これらの実験手法と大規模理論計算を組み合わせることにより、材料の機能発現メカニズムを原子・電子レベルで解明するための研究を本研究会のメンバーが中心となって推進している。

本研究会は、研究講演会や解析技術講習会などを定期的に実施し、機能性材料研究の分野における SPring-8 利用の促進と実験・解析手法の高度化および普及を目的とした活動も行なっている。また、他の SPRUC 研究会との技術交流、研究会メンバー間の研究協力、産学間の相互交流をより活性化させることで、本研究会メンバーが中心となって新規な機能性材料とそれに関連した新しい方向性のサイエンスを展開し、傑出した研究成果を世界に先駆けて創出していくことを目指している。

本研究会の最近の研究会活動（計画を含む）は下記のようになっている。

- 2016/3/14　第3回放射光・中性子によるセラミックス原子相関解析研究会
  放射光・中性子を利用した実験と理論計算を併用したガラス・セラミックスの構造解析手法の普及および利活用の推進を行い、日本セラミックス協会「放射光・中性子によるセラミックス原子相関解析研究会」と協力し、日本セラミックス協会2016年年会において“第3回放射光・中性子によるセラミックス原子相関解析研究会「ガラス・セラミックスのマテリアルズインフォマティクス － 二体相関の裏に潜む“秩序”と材料の“機能”の相関解明にむけて」”と題してサテライト研究会を開催した。3名の講演者の方々による情報科学と融合した材料の新しい構造解析手法に関する講演を通して、セラミックス材料の構造・物性研究の更なる発展にむけた活発な議論が行われた。（参加者数34名）

- 2016/8/28 SPring-8 シンポジウム サテライト研究会（原子分解能ホログラフィー研究会との合同開催）
  SPring-8 シンポジウム 2016 に併催する形で、原子分解能ホログラフィー研究会と機能性材料ナノスケール原子相関研究会の2つの研究会による合同研究会を開催し、各研究会間の相互理解と実験技術の相補利用について議論を行う。

- 2016/9/7 日本セラミックス協会第29回秋季シンポジウム 特定セッション「ナノスケール原子相関」
  本研究会のメンバーが中心となり、日本セラミックス協会の第29回秋季シンポジウムにおいて特定セッション“ナノスケール原子相関 –不規則性に潜む構造のマルチプローブ解析–”を開催する。当日は 3 名の招待講演者を招き、SPring-8 をはじめとした量子ビーム実験施設等を利用したマルチプローブ実験とデータ解析手法を主題とした全16件の講演を実施し、ガラス・非晶質材料や結晶の格子欠陥に見られる不規則な原子配列に潜む構造と機能との関連について討論を行う予定である。

ポスター発表では、上記に示す本研究会の活動実績および研究会メンバーが主に利用する実験ステーション設備の詳細に加えて、これらを利用した最近の成果を紹介する。

P-024

放射光赤外研究会の活動

放射光赤外研究会
池本夕佳(JASRI)、中野秀之(豊田中研)、岡村英一(徳島大)、森脇太郎(JASRI)、木下豊彦(JASRI)

SPring-8は、硬X線、軟X線、赤外と幅広いエネルギー領域をカバーしており、多様な測定手法を提供している。放射光赤外研究会では、赤外物性ビームライン(BL43IR)の活性化と成果の増大を図るため、様々な学会・研究会で成果・現状報告を行うほか、様々なSPRUC研究会や、加速器ベースの他の赤外光源研究者などとも連携して、ワークショップの開催、情報交換を行っている。

SPing-8、BL43IRは赤外分光を行うビームラインで、主として赤外放射光の高輝度性を利用した顕微分光を行っている。BL43IRで利用できる放射光は、近赤外から遠赤外(10000～100 cm^{-1}、1.2～0.012 eV)の広い帯域をカバーする。図1はビームラインの様子である。ビームラインでは特徴の異なる複数の顕微分光ステーションが稼働している。そのうち、高い倍率の対物鏡を搭載した高空間分解能顕微鏡と、ダイヤモンドアンビルセルなど種々のアタッチメントを搭載可能な長作動距離顕微鏡の稼働率が高い。このほか、ナノメートルオーダーの空間分解能を達成する近接場分光装置の開発も行っている。また、今年度より、パートナーユーザー利用課題が開始しており、磁気光学顕微測定の整備にも力を入れている。利用分野は、物理系が多く、高圧下での強相関物質の物性測定や、有機導体・ナノチューブなどの電子状態を解明する研究などが行なわれている。これらの測定においては、微小領域の顕微分光を、高圧・低温・偏光・低波数などの付加的な環境下で行っており、放射光の利点が活かされている。このほか、最近では、パーキンソン病発症に関わるレビー小体の赤外分光など、医学・生物分野の利用も活発になっている。また、毛髪処理に関する産業利用も成果を上げている。さらに、高分子・化学などの研究も精力的に行なわれている。さらに、昨年度、JASRIが主催した「SPring-8文化財分析技術ワークショップ」(2015年11月6日・於・日本科学博物館、2016年1月30日・於・奈良春日野国際フォーラム)で開催されたワークショップで赤外分光を紹介し、重点研究/社会・文化利用課題枠での応募・利用も増えている。

ワークショップとしては、2016年2月11-12日、次世代光源における赤外放射光の方向性を議論するため、「高輝度・高強度赤外光源の現状と今後の展望」(分子研研究会)を開催した。現在、世界中で検討されている次世代低エミッタンスリングは、赤外利用に対する影響が大きく、利用研究や光源特性を踏まえ、他分野の専門家なども交えて議論することが重要である。ワークショップでは、赤外・テラヘルツ領域で高輝度・高強度が得られる赤外放射光・赤外自由電子レーザー・短パルスレーザーの光源開発研究者、利用研究者などが一堂に会し、それぞれの特性と今後の方向性などについて活発な議論が行われた。本年度、さらに、これらの光源を利用したオペランド測定や様々な検出方法について、研究会を開催する予定である。このほか、SPring-8シンポジウムのサテライトミーティングとして、「振動分光でわかること:赤外分光の今後の方向性」を8月30日、関西学院大学において開催する。

図1 BL43IR

P-025

SPring-8 企業利用者の動向

SPRUC 企業利用研究会
巽修平、 佐藤眞直

本研究会では、2015 年度にアンケート調査を行い、集計結果に基づき全体会合にて以下の意見や要望を集約した。

＜SPring-8-Ⅱ に関する意見＞

- ❖ 昨年度の動向調査アンケートで示された「企業ユーザーにとっては、現在確立され有効に活用されている各ビームラインの設備や技術が維持されることが重要」という意見を踏まえて、SPring-8 Ⅱにおいても引き続き活用したい計測技術について調査を行った所（回答数 25 件／複数回答可）、図 1 に示す結果となった。
- ❖ 上記の既存技術の維持の要望については昨年と同様にあげられた。この点について現在施設から発信されている情報に対して挙げられた具体的な意見は以下の通りであった。
  - oアップグレードによって利用できなくなる技術についての情報がほしい。
  - o偏向電磁石光源（BM）ビームラインに関する情報が挿入光源（ID）ビームラインに比べて少ない。
- ❖ ビームライン、実験ステーションレベルでの技術的変更点を明確にするためのケーススタディーを標準的な BM/ID ビームラインで実施することを施設側に要望する意見があった。

＜JASRI が利用促進のために実施する研究開発に関する意見＞

- ❖ 計測技術開発に対する具体的な要望をアンケート調査した結果を、技術要素で要望件数の多さを整理したところ、図 2 に示す結果となった。（総回答数34件）
- ❖ 実験高効率化や自動化の結果、飛躍的に増大しつつあるデータ量に対応するためのデータ転送技術の高度化に対する要望があった。

＜研究開発成果の展開に関する意見＞

- ❖ 産業分野で放射光利用が定着するに伴い、SPring-8 の産業利用では成果専有利用が主流となり、その成果が見えにくくなっている現状がある。この状況における成果専有／非専有の課題数のバランスが適正と考えるか、適正でないとすれば是正する方策など、施設側で議論を深めてほしい。例えば、成果専有課題の成果について利用企業が自発的に公開することを促す方策、等。
- ❖ 成果非専有課題の成果アピールについて、一般にわかりやすい成果のプレスリリース等、効果的 PR 方法をより一層工夫してほしい。
- ❖ 利用成果の普及と深化のための教育や人材育成、関東地域での勉強会などの機会を増やしてほしい。
- ❖ 新規測定技術についての公開や、スパコン利用を含めたデータ解析の高度化への対応を積極的に進めてほしい。

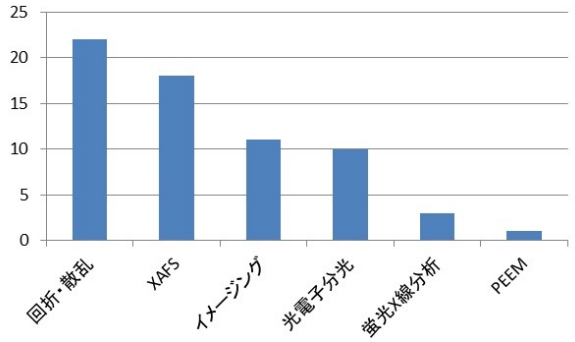


図 1. SPring-8 II でも引き続き活用したい既存計測技術についてのアンケート結果。（総回答数 25 件）

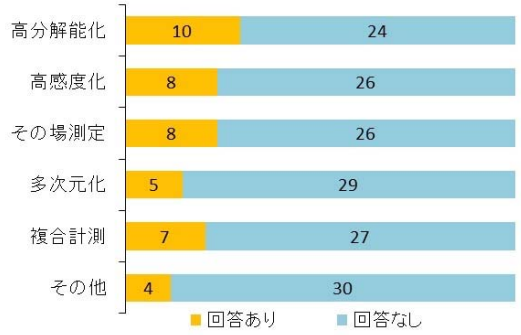


図 2. JASRI による利用促進のための計測技術開発に対する要望についてのアンケート結果。（総回答数 34 件）

P-026

放射光を用いた薬物輸送と体内動態に関する研究会

北九州市立大学　国際環境工学部
櫻井　和朗

研究会の概要、活動目標・目的

薬物運搬システム（DDS）の溶液中における内部構造や集合状態を、正確に知ることは、材料設計や医薬品としての審査において極めて重要である。また、DDS の生体内での分布や動態、薬物の放出機構を知ることも重要である。従来から、さまざまな方法が用いられてきたが、定量的な解析が可能になっているとは言いがたい。高分子医薬やナノキャリヤーなどの極めて複雑な系が DDS として開発が進む現状や、薬物に対する高い安全性がますます求められるようになっていることから、定量的な解析方法を開発することは、社会的に大きなニーズがある。

放射光を用いて上記のことを正確に観測し、その物性や構造から薬物の薬理活性や体内動態を定量化できる可能性が高いことが、さまざまな分野の放射光のユーザーによって明らかにされつつある。放射光を利用して研究しているグループは、さまざまな分野（小角散乱、蛍光分析、X 線イメージング）に属しており、新しい分野であるため研究者の数もすくなく、横断的な交流が少ない。そこで、SPring-8 を中心として、製薬や薬剤の研究に携わっている企業の研究者や、ナノ科学の分野の基礎研究者を対象にした研究会を立ち上げた。

今年度は、静岡で開かれた第 32回日本 DDS 学会、徳島で開かれた薬剤学懇談会において、我々の活動を紹介し、会員の募集をした。また、来年度には、海外から講師をまねいた国際会議をしたい。

P-027

光・磁性新素材産学連携研究会の活動報告

代表：井上　光輝（豊橋技術科学大学）、副代表：松原　英一郎（京都大学）

光や磁性を示す物質は、エレクトロニクス、メモリー、センサーなど様々な先進材料として利用され、新しい工業部素材を生み出す重要な役割を担っている。この光・磁性新素材開発における産業界の課題について、産学が連携、協同して解決の糸口を見いだすために、（独）日本学術振興会産学協力研究委員会の第 147 委員会アモルファス・ナノ材料が設立され、2013 年 10 月から5年間の計画で委員会が活動している。この委員会は、産学の約 100 名の研究者・技術者で構成され、磁石材料、電磁機能材料・デバイス、光電機能材料の基礎物性から材料プロセスまで幅広い研究領域を網羅している。ここで議論される課題の解決には、X線ナノビームを用いた新しい分光・回折・イメージング技術が開発されている SPring-8 の活用が極めて有効であるが、147 委員会の研究者の多くはその利用経験のないポテンシャルユーザーに留まっている。そこで、SPRUC の研究会としてはこれまでにない試みとして、主に SPring-8 の利用経験がない産学の研究者や技術者で構成される本委員会が、「光・磁性新素材産学連携研究会」を SPRUC の研究会として創設した。また、2015 年度末に研究会の継続申請を行い、2016 年度からの継続が承認されている。

2015 年度においては、特に、147 委員会の第 131 回研究会（第1分科会研究会, 2016/1/8）が、「光ナノ評価技術とは？」のタイトルで開催され、放射光を用いたナノ計測の最先端技術と、ナノデバイス評価への応用例に関して紹介された。また、第 130 回研究会（第2分科研究会, 2015/11/20）においても、本研究会の会員が SPring-8 における磁性解析の結果を報告した。また、2016 年 3 月 10 日に SPRUC が主催した「第2回 実用スピントロニクス新分野創成研究会」に協賛し、本研究会の会員も研究会の企画と発表に貢献した。

現在、本研究会の会員数は約 90 名に達しており、今後も学振 147 委員会との連携の下に研究会等を開催し、SPring-8 の新たな利活用を促していく予定である。

P-028

高分子構造科学研究会のこれから

佐々木　園（代表）、岸本 浩通（副代表）

高分子構造科学研究会は、高分子科学研究会と高分子薄膜・表面研究会が担ってきました活動を大きく発展させるために、両研究会を統合し第 3 期研究会として新たに発足しました。本研究会の目的は、有機・高分子科学分野の学術と産業界の基礎・応用研究で重要な SPring-8 の先端的利用法を発展させるための情報交換と議論を行うことです。具体的には、① SPring-8 次期計画で創成される新しい光源を利用した実験法、② 階層構造のダイナミクス/キネティクス研究のための実験技術、③ 表面・界面と薄膜に対する新しい実験・データ解析技術、④ 複数のビームラインを相補的に使う実験法、⑤ 高分子複雑系に対する構造解析法、⑥ イメージング技術などに関わる最先端ノウハウの情報収集から、従来にはない新たな概念創成のためのディスカッションまで、次世代の高分子構造科学の展開を見据えた活動を行なって参ります。

SPring-8 シンポジウム 2016 では、高分子構造研究会と小角散乱研究会で開催した第一回合同研究会（7 月 29 日開催）と最近の研究成果をポスターで発表致します。

対象となる試料：合成高分子、天然高分子、バイオベースマテリアル、ポリマーブレンド、高分子複合材料、ブロック共重合体、有機分子組織体、高分子溶液、高分子ミセル、高分子ゲル

関連するビームライン：BL02B1, BL02B2, BL04B2, BL03XU, BL13XU, BL19B2, BL20XU, BL40B2, BL40XU, BL43IR, BL44B2, BL45XU, BL46XU, BL47XU

問い合わせ先：佐々木　園（京都工芸繊維大学）sono@kit.ac.jp、
岸本 浩通（住友ゴム工業（株））h-kishimoto.az@srigroup.co.jp

****

The Future Plan of Research Group on Polymer Structure Science

Sono SASAKI (Rep.) and Hiromichi KISHIMOTO (Vice Rep.)

"Research Group on Polymer Structure Science" is established by integrating positively the preceding "Polymer Science Research Group" and "Research Group on Polymer Surfaces and Thin Films" for enhancement of their activities at SPring-8. The goal of this group is to exchange information and discussion on the advanced utilization of SPring-8 in polymer structure science. The important subjects this group will focus on for academic and industrial researches with organic and polymeric materials are as follows: ① New experimental methods utilizing a new light source of SPring-8-II, ② Experimental technique for researches on hierarchical structure dynamics / kinetics, ③ New experimental and data-analysis technique for researches on surface/interface and thin films, ④ Advanced measurement and data analysis methods for complimentary utilization of several beamlines, ⑤ Structure analyses for complex polymer systems and ⑥ X-ray imaging technique.

In SPring-8 symposium 2016, the 1st joint workshop of Research Groups on Polymer Structure Science and on Small-angle X-ray Scattering held on July 29th, 2016 and resent research outcome in polymer structure science will be reported in our poster presentation.

Expected samples：
Synthetic polymers, Natural polymers, Biobased materials, Polymer blends, Polymer complexes, Block copolymers, Organic molecular assemblies, Polymer solutions, Polymer micelles, Polymer gels and networks

Related beamlines：BL02B1, BL02B2, BL04B2, BL03XU, BL13XU, BL19B2, BL20XU, BL40B2, BL40XU, BL43IR, BL44B2, BL45XU, BL46XU, BL47XU

Corresponding persons：Sono SASAKI (Kyoto Institute of Technology) sono@kit.ac.jp
Hiromichi KISHIMOTO (Sumitomo Rubber Industry)
h-kishimoto.az@srigroup.co.jp

P-029

放射光を用いたその場計測研究会

[1] *京都大学化学研究所*, [2] *JASRI*
[1]高谷　光, [2]為則　雄祐

化学プロセスが進行する中間経路を直接観察することは，化学者にとっては，古くから試行錯誤が続いてきた長年の課題である。反応の中間体が明らかになることで，目的に合致した反応経路を論理的に組み立て，新しい機能をもつ材料物質を作り出す事ができる。放射光は，この課題の解決につながる可能性を持った有力な分析手段の一つであり，*in-situ* や *operando* 解析と呼ばれる「その場観察実験」は，近年の放射光科学の主要な研究課題の一つになっている。一方で，その場観察に取り組んでいる研究者間の情報交換は十分とは言えず，各研究者が個別に技術開発を進めている状況である。このような課題に対して，サイエンスと技術の両方の視点から，放射光を用いたその場観察や時分割観察を進めいている一線の研究者が集い，現在の分析技術の到達点と今後の課題について議論を行うとともに，研究者間の情報交換および放射光利用の普及啓発を進めることを目的とする。

第二期研究会の体制下では，「革新的分子集積マテリアル研究会」ならびに「軟Ｘ線による実環境下反応その場計測研究会」が連携し，有機合成化学，触媒科学，電気化学などの利用分野を中心として，放射光その場観察の現状と技術的課題について議論を重ねてきた。今期は，両研究会を統合し、新たに「放射光を用いたその場計測研究会」として活動を開始した。本研究会では、時分割測定などを新たに検討要素として加え，研究会の活動範囲を広げてゆく予定である。同時に，ビームラインや計測手法を広く横断し，その場観察研究を SPring-8 の汎用的な手法として波及させてゆくことを目指す。そのため，対象となる分野を第二期研究会より大きく広げ，持続可能な社会の形成に貢献すると考えられる細孔性配位高分子，金属ナノ粒子，超分子金属錯体，高次集積型 π共役物質，ナノカーボン・フラーレン，組成・配列制御型高分子，生体由来高次機能分子等の未来型材料へと拡張し，「放射光その場観察」によってこれら材料の構造・物性解析について世界をリードできる研究，情報発信の場としたい。

P-030

コヒーレントＸ線物質科学研究会

岡山大学[1]、量子科学技術研究開発機構[2]
池田直[1]、大和田謙二[2]

第３世代放射光源の登場以降、実験遂行上十分な空間・時間コヒーレンスを持つX線の利用が可能となり、測定技術・解析手法の開発が急ピッチで行われてきました。その結果、一般の物質科学領域の放射光ユーザーにとってもコヒーレンス利用が手の届く所まで来ているように思われます。しかしながら、そのユーザー間で最先端コヒーレンス利用の研究成果やそのための技術情報の共有は十分にはなされてはいないようにも思われます。

本研究会は、コヒーレンス利用によって期待される磁気・分極ドメインやスキルミオン等の（動的・静的）高次構造の観測から物質内の大域的ー局所的性質の相関の解明につなげ次世代物質科学の一翼を担い、また、構成員間でコヒーレンス利用に関する情報・技術・新規アイディア等を研究会等を通じて収集・共有し、SPring-8 アップグレードに並行するビームライン高度化へ向けた具体的な研究構想実現の仕掛けとなる事を主目的として 2016 年度（第 3 期）新設（認可）されました。

本研究会活動を通じ、物質科学研究の高度化、コヒーレンス利用を軸とした他研究分野との連携、新しい放射光利用技術の開発による新規研究分野の開拓の可能性や要望を探り、もって SPring-8 における物質科学研究の最先端研究に寄与したいと考えています。また、これらの活動は他の SPring-8 ユーザー共同体研究会や関連学会との連携の下で進めて行きたいと考えております。

今後、多数の皆様のご参加をお待ち申し上げております。

P-031

SPring-8 加速器の現状

JASRI 加速器部門

2015 年度のユーザータイムは、計画 4056 時間に対し実績 4033 時間 52 分、99.45%の達成率（実績利用運転時間の計画利用運転時間に対する割合）であった。ユーザータイムの達成率は、過去最高を記録した 2014 年度（99.46%）に迫るものであり、2015 年度も安定に利用運転が行われた。

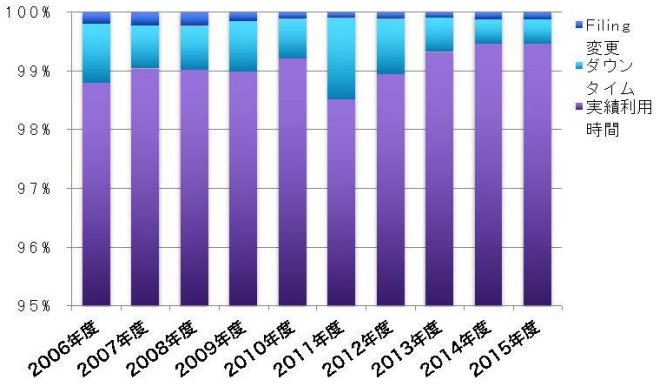


図 1. 過去 10 ヵ年度の蓄積リング運転統計.

SPring-8 の利用運転では、光源強度安定化のため実験中も随時ビーム入射を行うトップアップ運転を採用しており、平常の蓄積電流値の変動は 0.03%と極めて安定に保たれている。2015 年度の入射器トラブル等によるトップアップ運転の中断率（利用運転時間の内、目標蓄積電流値 99.5 mA から 0.1 mA 以上低下した時間の割合）は 0.4 %と極めて低く（例年のトップアップ運転中断率は約 1%）、高精度を必要とする利用実験に必須であるトップアップ運転も安定に行われた。

表 1 に、SPring-8 蓄積リングの主なビームパラメータを示す。2013 年 5 月より電子ビームのエミッタンスを 2.4 nm·rad のオプティクスを導入し、これにより、ID 放射光の輝度が以前の 3.5 nm·rad オプティクスに較べて 1.5 倍の改善がなされていることは既に本シンポジウムでも報告している通りである。

表 1. 蓄積リングパラメータ.

電子エネルギー	8 GeV
蓄積電流値	100 mA
蓄積電流値変動	0.03 %
自然エミッタンス	2.4 nm·rad
カップリング比	0.2 %

一方、いくつかのトラブルも発生した。特に、2016 年 6 月 20 日から 7 月 2 日まで予定されていた A モード（203 バンチモード）運転が、急遽キャンセルされ、406 バンチモードによる利用運転が行なわれた。A モードと呼ばれる運転モードは、リング 1 周にわたり 23.6nsec の等間隔で 203 個のバンチが周回するフィリングモードだが、11.8nsed の等間隔で 406 個のバンチが周回するフィリングモードに変更された。その理由は、事前調整において、電子ビームの不安定性を抑制することが出来なかったためである。リング内を周回する電子ビームは、大きなバンチ電流やギャップが閉じた ID の影響により不安定性が発生すると揺らぎはじめ、放射光の Pointing stability の悪化、時間積分で観測する光の実効サイズの増大等を引き起こすだけでなく、場合によってはバンチ電流の低下を引き起こす。そのため、Bunch-by-bunch feedback（BBF）と呼ばれる、ビームの揺らぎを検知して抑制するフィードバックシステムによって利用運転中のビーム安定性を確保しているが、今回は、203 バンチ運転の直前に最終確認を行った際、BBF システムでは抑制出来ない不安定性が確認されたため、蓄積電流 100mA は確保しつつ運転モードを 406 バンチモードへ切り替えることで対応した。203 バンチモードの不安定性問題は以前より確認されており、また、H モード（5mA 孤立バンチ、および全周の 11/29 にフィルされたバンチトレイン）においても 5mA の大電流孤立バンチ部が誘起する不安定性が 1 つの課題となってきた。更に、2016 年度より導入された新たな H モードはバンチトレイン部のバンチ電流が以前の 6 倍になっており、安定な光の供給の観点から、各運転モードや ID の最小ギャップ値の設定等について、改めて情報共有と確認を行いたい。

その他、ID の影響などについて、当日報告する。

P-032

SPring-8 利用実験者向け制御システムの現状と計画

制御・情報部門

SPring-8 における利用実験環境の効率化および利便性向上を目指し、広域ネットワークへの接続環境の更新をはじめ、セキュリティを考慮した上で実験データを取り扱う環境の構築・整備を進めた。

■SINET5

今年度より、SPring-8 の広域ネットワークの接続環境を 20Gbps(SINET4)から 40Gbps(SINET5)に移行した。SINET5 は日本全国の大学、研究機関等の学術情報基盤として、国立情報学研究所が構築、運用している 100Gbps のバックボーン回線を有する情報通信ネットワークである。この移行により、京などの外部研究リソースの活用や、大学や研究機関との連携研究の進展が期待される。

■実験データ配送サービスの開始

メール添付が困難な実験データなどの大きなファイルを、容易に送受信するための Web サービス(図1)を開始した。このサービスでは、SPring-8 User Card の SPring-8 ID と UI サイト (http://user.spring8.or.jp) のパスワードが利用可能で、最大 20GB までの研究関連データを、1週間の保存期限で任意の相手と共有することができる。UI サイトにクイックリンクを貼って、広く利用を促している。

■実験データリポジトリ

SPring-8 実験データリポジトリ(SP8DR)は、オープンデータ／オープンサイエンスの基盤として SPring-8 外からの実験データへのアクセスを提供するシステム[1]である。実験データをメタ情報(課題番号、利用ビームライン、検出器などの実験条件)とともにデータベース化し、ユーザ ID によってアクセス制限することで、Web から実験データへセキュアなアクセスを実現している(図 2)。2015 年度、BL14B2 において標準試料データの蓄積を開始し、公開の準備を進めている。また、他のビームラインへの展開も順次進めている。

■遠隔実験

BL14B2 の XAFS 実験向けに Web ベースの遠隔実験システム基盤の開発を進め、まもなく一般ユーザにて供される見通しである。HTML5 をベースに最新の Web 技術を用いることで、安全・確実に遠隔実験を進めることができるだけでなく、モバイルデバイスなどを含む様々な環境から利用できるようになる。実験データは上記の実験データリポジトリを介して、遠隔地で受け取れる。

現在はこの技術を応用し、BL46XU の HAXPES 遠隔実験整備に向けて、産業利用推進室と検討を開始しており、ビームラインのニーズに合わせて遠隔実験の適用拡大を進めている。

参考文献

1) Hisanobu SAKAI, et. al., "Development of SPring-8 experimental data repository system for management and delivery of experimental data", Proceedings of ICALEPCS2013.

図１：実験データ配送サービス

図２：実験データリポジトリ

P-033

SPring-8 光源・光学系の現状

JASRI 光源・光学系部門

SPring-8 の光源・光学系（ビームラインの基盤部分）の現状について，挿入光源，フロントエンド，および光学系におけるいくつかのトピックスを報告する．

1. 挿入光源

稼働中の挿入光源に関して定期的な維持管理を行うと共に，長期間にわたって運用されている機器の老朽化対策を実施している．既に廃番となっている高トルク型モーターの更新を行っている．減磁による磁場性能劣化により電子ビームの安定的な蓄積運転に悪影響を与える現象が確認された挿入光源に関して，磁石ユニットの一部交換による対策などを行っている．また，円偏光極性の高速切替が実施されているビームライン用の光源に関して，維持管理や高性能化を継続的に行っている．

キッカー電磁石による軌道切替に基づく偏光切替を行う BL23SU 及び BL25SU においては，運転条件によって誘起される軌道変動が異なるため，これらを補正するための空芯コイルの運転パターンが多岐に渡る．そのうえ必要な補正パターンが時間の経過と共に変化する現象が確認されている．より効率的な補正手段を確立するため，軌道変動の各種要因や諸条件について系統的な検証を実施している．一方，電磁石移相器に基づく BL07LSU では，コミッショニングがほぼ完了し，本格的な利用が開始されつつある．

2. フロントエンド

ビームラインにおけるフラックス低下や光カット問題等のトラブルに対応するためのツールとして，ダイヤモンド薄膜のフォトルミネセンス（PL）を利用したフロントエンド出射ビーム用光モニターの開発を進めている．蓄積電流が 100 mA においても，モノクロ上流ビームの形状だけでなくビーム位置も検出できることを目標にしている．PL 分布から比較的容易にビーム形状を確認できる一方，PL の垂直方向の空間分布がフラットでありビーム中心を求めることが困難であることが課題となっていたが，フィルターを挿入することで脱フラット化が可能であることが確認できた．

3. 光学系

BL40B2 および BL02B2 の二結晶分光器の駆動機構の老朽化に伴う更新を実施するとともに，安定化のための改良を行った．冷却水路(SUS 管及びフレキシブルホース)の内部にポリウレタンチューブを挿入し壁面を平滑化することで振動を抑制した．また，第一結晶の水冷部を従来のフィンアレイから長穴に変更し，乱流促進板で熱伝達を向上させる方式に変更した．オフラインテストでは，回折面の高次反射（333 反射）に対して，波長 0.75 Å，ビームサイズ 6 mm(V)×7 mm(H)の X 線を入射し，流水による歪みが見られないことを確認している．2015B 期からユーザー利用に供している．

分光結晶冷却のための液体窒素循環装置において，省エネと液体窒素温度安定化のための装置を試作し，BL39XU にて 2016A 期から試運転を行っている．従来の温度制御方式では冷凍機を最大能力で運転しながらヒーター加熱により温度調整していたが，往路・復路の流体温度を精密に測定することで，入熱に対して冷凍機の運転台数を動的に変更しつつヒーターにより微調整する方式とした．3 ヶ月間の試運転の結果，循環装置の消費電力を 33%減（平均 9 kW）とする節電効果を得た．また，エネルギー変更などの後吐出温度安定化に，従来方式では約 1 時間要していたが，新方式では約 10 分で収束し，その後は幅 0.02 K で安定している．今後，複数のビームラインでの試験を計画している．

新たなナノビーム光学素子として，1 枚のミラーで回折限界集光を目指す硬 X 線用の回転楕円ミラーの開発を進めている．加工，評価，成膜装置を整備し，試作ミラーを完成させ 100 nm の集光サイズを確認した（詳細は別発表あり）．また，東京大学三村秀和研究室と共同で，軟 X 線用のコリメートミラー，リング集光ミラー及び回転体ミラーの開発と試験を進めている．

P-034

構造物性Ⅰグループの概要と活動状況

(公財)高輝度光科学研究センター　利用研究促進部門　構造物性Ⅰグループ

構造物性Ⅰグループでは、物質の性質・機能の起源となる構造的特徴を明らかにするために、SPring-8の優れた光源特性を最大限に活用したX線回折・散乱実験装置の整備、極端環境制御・オペランド計測技術の開発や構造解析の精密化等に関する高性能化を推進するとともに、ナノビームや時分割、コヒーレント性利用等の次期光源に向けた検討を進めている。極限構造チームは高圧・高温・低温の極限状態での構造物性研究を、動的構造チームは相転移等の物質のダイナミクスや物性起源の電子密度レベルでの解明を、ナノ構造物性チームは非晶質や表面・界面などのナノ構造体における物性起源の解明を、遂行することを任務としている。以下に、ビームラインの概要と最近のビームライン整備・高性能化（高度化）の取り組みを示す。

＜ナノ構造物性チーム＞　今井康彦TL、田尻寛男、尾原幸治、梶原堅太郎（兼務）

BL04B2　（高エネルギーX線回折ビームライン）

高エネルギーX線を用いた広いQ領域の回折データ取得から、ガラス・液体などの非晶質物質の高精度構造解析を行う実験ステーションである。CdTe検出器3連装システムを整備し、広角度領域の統計精度を向上させた。また有機ポリマーのような比較的融点の低い材料の非平衡状態を計測するため、音波浮遊装置を整備した。

BL13XU　（表面界面構造解析ビームライン）

X線回折・散乱を利用して結晶表面や界面、ナノ物質の構造物性研究を原子レベル分解能で可能とする実験ステーションである。フレネル型の大口径集光レンズを導入し、表面回折の測定時間を短縮する高密度光利用環境を整備した。ホログラフィ・異常散乱等エネルギー分散型実験を効率化する光学系整備も行った。

＜動的構造チーム＞　大石泰生TL(兼任)、増永啓康、杉本邦久、河口省吾、加部泰三

BL02B1　（単結晶構造解析ビームライン）

大型湾曲IPカメラ、CCDカメラ及び多軸回折計により、単結晶精密構造解析、時分割測定による構造ダイナミクス研究を行う実験ステーションである。パートナーユーザー課題や長期利用課題などと連携し、時分割計測や冷凍機を使用した単結晶高圧回折実験などの整備を行った。

BL02B2　（粉末構造解析ビームライン）

多様な外場下で微量粉末試料の高分解能回折データを迅速に測定し、結晶構造を電子密度レベルで解析できる実験ステーションである。一次元半導体検出器および低温・高温窒素吹付装置と連携した新型自動試料交換ロボットを導入し、ユーザーフレンドリーかつ高効率な粉末構造評価環境を整備した。

＜極限構造チーム＞　大石泰生TL(兼任)、平尾直久、肥後祐司、丹下慶範、今田沙織

BL04B1　（高温高圧ビームライン）

高エネルギーX線を使った回折測定やラジオグラフィー測定により、高温高圧下の物質変化や地球内部構造を研究する実験ステーションである。2次元X線吸収測定システムを導入し、熔融マグマの密度測定が可能となった。また、今年度は単色X線用の高感度ラジオグラフィー光学系を整備する予定である。

BL10XU　（高圧構造物性ビームライン）

高エネルギー単色X線回折により、高圧及び低温・高温の極限環境下における物質の精密構造解析が可能な実験ステーションである。安定した高エネルギー集光X線ビーム利用による高圧・低温X線回折用高速計測環境を整えるため、高速二次元検出器および複数検出器搭載用高精密･高安定ステージ架台を整備した。

P-035

X 線非弾性散乱を利用した原子・電子ダイナミクスを通じた物質機能の解明
（構造物性Ⅱグループ）

石川 大介, 伊藤 真義, 櫻井 吉晴, 筒井 智嗣, 内山 裕士, 依田 芳卓

構造物性Ⅱグループでは世界を先導する3つのビームライン（BL08W, BL09XU, BL35XU）を運営し、非弾性散乱及び核共鳴散乱の実験設備をユーザーに提供している。実施課題の属する科学分野は多岐にわたっており、基礎科学から先端技術分野、例えば地球科学やタンパク質の動的性質、エネルギー科学などの分野をカバーしている。ポスターでは、ビームラインの性能や将来の可能性について示す。

BL08W: 高エネルギー非弾性散乱

BL08W は主に高エネルギー非弾性散乱（コンプトン散乱）測定のためのビームラインである。コンプトン散乱は電子運動量密度分布を通じて波動関数を直接観測できる手段であり、例えば、フッ化リチウムの電子運動量分布の温度依存測定から非調和熱振動効果の検証[1)]など、理論計算手法の正当性の検証に特に有力な手法である。また、その散乱断面積は電子密度に依存するので軽元素に対しても有効な観察が可能であり、燃焼ガスの化学状態の直接観察[2)]や、金属ケース内のリチウム電池電極内におけるリチウムイオンの反応分布の直接観察[3, 4)]などの応用研究がすすめられている。この他に、蛍光分析など高エネルギー入射 X 線を用いた実験設備も整備されている。

BL09XU: 核共鳴散乱

BL09XU では主に核共鳴散乱を利用した物性科学や X 線光学、原子核物理などの実験が行われている。最近得られた研究成果は、元素を特定した原子の振動状態や電子状態に関する知見が得られる核共鳴散乱の特徴を物質科学へ応用したものである。原子の振動状態に関する知見が得られる核共鳴非弾性散乱では、燃料電池への応用が期待される生体内で電子伝達体として機能するフェレドキシンなどの酵素の活性中心の機能解明を目指した研究が行われた[5)]。電子状態に関する知見が得られる放射光メスバウアー分光では、^{61}Ni 核を用いた電池電極の評価などのエネルギー・デバイスへの応用が開始された[6, 7)]。

BL35XU: 高分解能 X 線非弾性散乱

BL35XU では1Åより短い波長の X 線を利用して、meV レベルの格子振動を調べることができる。格子振動を調べられる手段としては、動的構造因子の測定が可能な中性子非弾性散乱と相補的な実験手段である。高分解能 X 線非弾性散乱では、中性子散乱が苦手とする測定条件、例えば微小試料や低移行運動量・高移行エネルギー領域の測定などの実験が可能である。特筆すべき成果としては、フォノン分散から明らかとなった強弾性化合物酒石酸リチウムアンモニウムにおける原子間相互作用の相関長の温度変化の観測[8)]や液体ビスマスにおける構造異方性の検証[9)]が挙げられる。また、若手研究者育成を目的とした萌芽的研究課題でも強相関超伝導物質のフォノン・ダイナミクスに関する成果が得られた[10, 11)]。

References:

1) A. Erba *et al.*, Phys. Rev. Lett., **115**, (2015) 117402
2) H. Sakurai *et al.*, J. Sync. Rad., **23**, 617-621 (2016).
3) M. Itou *et al.*, J. Sync. Rad. **22**, 161-164 (2015).
4) K. Suzuki *et al.*, J. App. Phys., **119**, (2016) 025103
5) L. Lauterbach *et al.*, Dalt. Trans. **45**, 7215 (2016).
6) R. Masuda *et al.*, Sci. Rep. **6**, 20861 (2016).
7) T. Segi *et al.*, Hyperfine Interact. **237**, 7 (2016).
8) T. Hasegawa *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **85**, 014602 (2016).
9) M. Inui *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **85**, 014602 (2015).
10) K. Wakiya *et al.*, Phys. Rev. B **93**, 064105 (2016).
11) N. Murai *et al.*, Phys. Rev. B **93**, 0203018 (R) (2016).

P-036

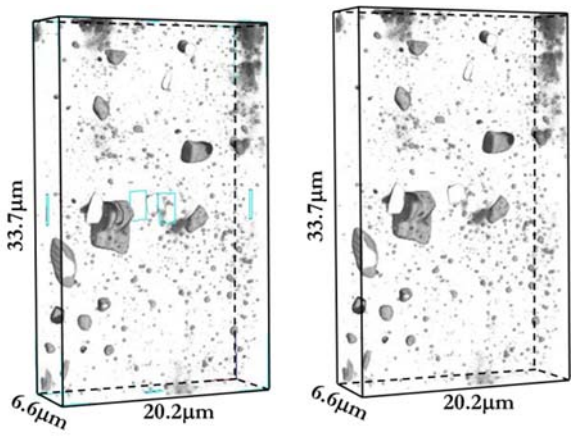
バイオ・ソフトマテリアルグループの現状

(公財)高輝度光科学研究センター　利用研究促進部門　バイオ・ソフトマテリアルグループ
上杉健太朗、関口博史、星野真人

非結晶散乱チームはBL40XUおよびBL40B2にて、生体高分子、合成高分子、界面活性剤、コロイドなどのソフトマテリアルからの散乱・回折実験および動的計測を支援する。対象とするサンプルは、分子、分子集合体、システムレベルと階層構造を有すことが多く、それぞれの階層での知見とともに階層横断的な知見をシームレスに得ることは重要である。BL40XUではその高輝度性を生かし、径2μmまでのピンホールスリットによるマイクロビームを用いた小角散乱・回折実験のシステム構築に取り組み、X線光子相関法やX線１分子追跡法などへ応用した。BL40B2では蛋白質溶液や脂質のような非晶質生体物質についてX線散乱・回折法を用いて構造解析を行った。様々な高度化により、高い小角分解能(最大小角分解能6000Å)と広い測定領域(広角測定限界数 Å)における測定を実現しており、高空間分解能で静的な散乱パターンの測定が可能となった。微小角斜入射X線小角・広角散乱法による高分子薄膜等の解析も可能である。

微細構造計測チームでは、イメージング技術（Ｘ線集光結像光学系、検出器、計測手法）の開発と応用を行っている。硬Ｘ線マイクロビーム応用では100nm径プローブによる走査型顕微鏡、マイクロビームＸ線回折、蛍光Ｘ線分析等がルーチンで利用可能になっている。投影・結像イメージングでは、CTやラミノグラフィーによる三次元計測の利用が多い。標準的な条件（視野1mm、空間分解能1μm、12keV、(2048)3画素）での三次元像計測時間は約3分である。より高分解能を得るためにはフレネルゾーンプレートを対物レンズとする結像顕微鏡が使われている。典型的な条件では、視野50umで3次元像として空間分解能140nmが達成されている。この場合の計測時間は約20分である。また、吸収コントラストだけでなく、ゼルニケ法/屈折コントラスト法/ボンゼ-ハート干渉計/タルボ干渉計/走査型微分位相等の手法を用いた位相計測も可能である。最近では高速CT撮影技術を利用した、4D計測が可能となってきた。限定的な条件下では、時間分解能１０秒以下での撮影が可能で、物体の変形や結晶成長などの様子を観察することが出来るようになった。

放射光位相イメージングチームは、昨年度百生ERATOプロジェクト(量子ビーム位相イメージング)の受け皿として未踏研究領域開拓グループの達組織として発足し、今年度から本グループに移管した。主に、透過型回折格子を用いたX線位相イメージングの開発や応用利用研究を目的としている。プロジェクトの一環として、白色ビームラインに多層膜ミラーを設置することで、X線タルボ干渉計において単色ビームと同等の光学的取扱いができる10%程度のバンド幅を持つピンクビームを用いた高速位相イメージングの整備・開発を進めている。



図。Al-Mn 合金のナノＣＴ観察結果（豊橋技術科学大学 小林准教授提供)。アルミニウムは削除され、マンガンのみ表示している。

P-037

分光物性Ⅰグループの活動、2015-2016

JASRI 利用研究促進部門 分光物性Ⅰグループ
宇留賀朋哉(GL), 鈴木基寛(TL), 寺田靖子(TL)
水牧仁一朗, 河村直己, 加藤和男, 新田清文, 伊奈稔哲、早川慎二郎、西脇 芳典

分光物性Ⅰグループは、XAFS・分析チームとMCDチームから構成され、硬X線領域の吸収・発光現象に関連する実験手法の開発及び、ユーザー利用支援を行っている。主として担当しているBLは以下の5本である。分光物性Ⅰグループのこの1年の活動状況と高度化について報告する。

・BL01B1(広エネルギーXAFS):
BL01B1では、広エネルギー領域にわたる希薄・薄膜試料のXAFS測定やin-situ時間分解クイックXAFS測定などが主に行われている。反応過程下の測定試料に対する同一条件・同一視野での放射光複合計測の実現の一環として、透過測定が可能なペレット試料に対し試料環境(温度、ガス雰囲気)制御下でXAFSおよびXRDの計測が可能なセルの開発を行い、それを装備したin-situ 透過法XAFS/XRD同時計測システムの構築を進めた。

・BL05SS(加速器診断) 蛍光X線分析ステーション:
本ステーションでは、2015年度まで科学捜査利用を行うことを主目的として蛍光X線・XAFS分析システムの整備を進め、単繊維、自動車塗膜片、ガラス微物等に対する計測を行った。分析のスループット改善のためにハード・ソフト両面で改良を進めるとともに、散乱X線計測を利用した微物の質量評価法の整備を進めた。2016年度より、当グループ担当の下、一般共用利用を開始した。

・BL28B2(白色X線回折) DXAFSステーション:
本ステーションでは、エネルギー分散XAFS(DXAFS)法による十数ミリ秒～数秒オーダーの時間分解XAFS測定が行われている。触媒や酸素貯蔵材料において、ガス、温度などの反応条件を高速にスイッチしながら反応過程を高精度に計測するためin-situ時間分解DXAFS計測システムの開発を進めた。また、ユーザーフレンドリーな計測システムの構築を行うために反応ガス自動切替システムの開発を行い、より効率的なビームタイム利用が可能となった。

・BL37XU(蛍光X線分析):
BL37XUでは、走査型X線顕微法を主体とした元素分析および化学状態分析が行なわれている。現状、実験ハッチ1および3において、空間分解能:1000 nmと300 nmのX線顕微実験が可能となっている。これを用い、幅広い測定対象に対して、元素分析イメージング・XAFSイメージングを中心とした利用研究が行われている。より効率的なビームタイム利用のために、高速走査型2次元 XRF法を利用した2次元XAFS法および、2次元検出器を利用した2次元イメージングXAFS法の開発を進めた。

・BL39XU(磁性材料):
BL39XUでは、X線磁気円二色性 (XMCD) 、X線吸収/X線発光分光 (XES) による磁性体・強相関電子系物質の研究が主に行われている。最近は、複合環境 (強磁場・極低温・高圧) 下でのX線分光法や、100 nm径の集光ビームを用いた顕微X線分光法の開発を行っている。複合環境分光ステーションでは、球面湾曲InSb 220分光結晶とCdTe二次元検出器 PiXirad-2 を導入し、XES 測定のエネルギー範囲を拡張した。ナノ分光計測ステーションでは、光源・光学系部門の協力により、KB 集光ミラー装置を真空対応へと刷新し、ミラー表面の汚染の影響を低減した。また、水平・垂直方向の集光ミラーの焦点距離を最適化することで、100 nm 集光ビームの20倍の強度向上を実現し、10^{11} photons/s台のフラックスが得られるようになった。

P-038

分光物性 II グループの現状

利用研究促進部門分光物性 II グループ
中村哲也、為則雄祐、池本夕佳、森脇太郎、小谷佳範、
岡崎宏之、豊木研太郎、Billington David、鶴田一樹、室隆桂之、池永英司

分光物性 II グループでは、主に軟 X 線、赤外線領域の分光研究を中心とした利用支援、研究分野開拓、装置やビームラインの高性能化を目的とし、主に BL25SU、BL27SU、BL43IR を対象に活動を行っている。図1に示すとおり、当グループは他グループとの兼務を含め7名の研究員と4名の博士研究員で構成されている。海外放射光施設と比較して十分ではないにせよ、各ビームラインに2名以上が配置されており、見かけ上は十分に運営可能な体制となっている。しかし実態としては、相当に厳しい状況にある。
その理由として、次の問題がある。

1）BL25SU, BL27SU の各主担当がグループリーダー業務との兼務であること、

2）近年の実験装置整備を、主としてスタッフによる大型プロジェクトや科研費などの外部資金により進めざるを得なかった経緯から、各プロジェクトへのエフォートによるスタッフの業務増が深刻化していること、

特に、ここ数年に参加した大型プロジェクトでは、新たに専従の博士研究員が増員されることなく既存のスタッフの業務が純増する結果となったケースもある。この状況は過去のグループ運営に問題があったことを露呈しており、反省すべき点である。一方、このような外部研究資金に支援頂き、他の共用ビームラインと比較して早いペースで機器更新が進んでいるという利用者にとってプラスの効果も表れており、今後は、大型プロジェクトの誘致を博士研究員の新規雇用と一体で推進していく方針としたい。将来の放射光科学を担う若手研究者の育成や、放射光の利用経験豊かな人材を大学や産業界に輩出することにもつながり、正の循環をもたらすことを期待している。ポスター発表では、主に、各ビームラインにおいて展開されている新分野創成利用課題、PU 課題、長期課題等の状況に加え、スタッフが関わる競争的資金研究による機器整備の進展について報告する。

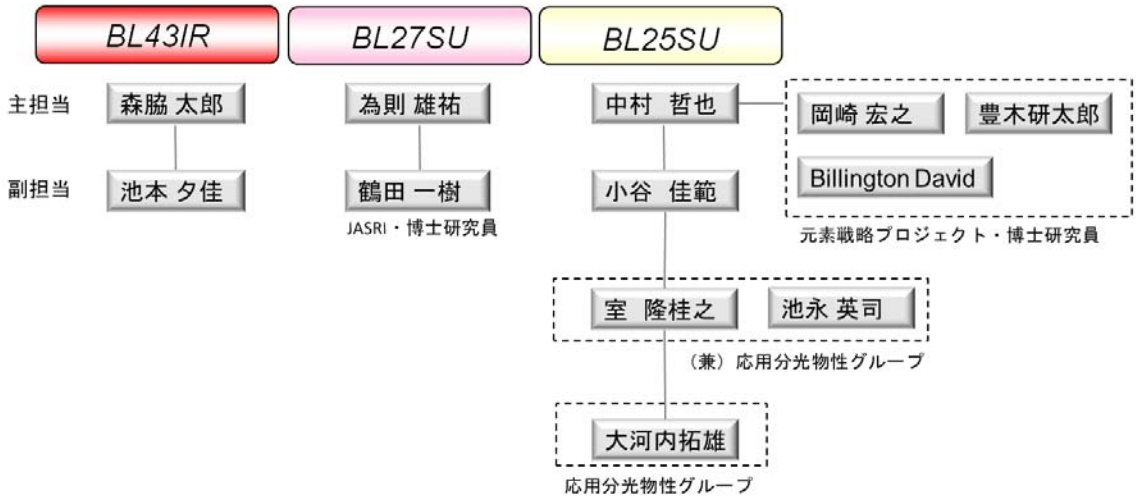


図1　分光物性IIグループが担当するBL25SU、BL27SU、BL43IRにおけるスタッフと博士研究員の体制（2016 年 6 月現在）。

P-039

応用分光物性グループの活動報告

利用研究促進部門 応用分光物性グループ
櫻井 吉晴（GL 兼務、部門長）、室 隆桂之（TL）、池永 英司、大河内 拓雄、保井 晃

応用分光物性グループは、放射光による電子状態および磁気状態の解析により、主に応用材料における機能発現メカニズムの解明、機能性の向上、さらには新たな材料創製を目指した共同研究と利用支援を推進している。装置開発としては、光電子分光（PES）と光電子顕微鏡（PEEM）の手法をベースに、より高いエネルギー分解能、空間分解能、時間分解能での電子・磁気状態の観測を目指した先端的分光法の開発に取り組んでいる。以下では、各手法の最近の状況を述べる。

硬 X 線光電子分光（HAXPES）：BL47XU, BL09XU

SPring-8 で開発された硬 X 線光電子分光（HAXPES）は、6～8 keV の X 線を用いることにより 20 nm 程度の検出深さでの化学状態分析が可能な手法として多くの利用研究に供されている。本年度の BL47XU の高性能化案として「ナノ HAXPES -硬 X 線複合分光計測基盤の整備」が採択された。本提案は深層界面におけるナノ光電子-蛍光分光同時計測技術確立を目的としている。新たに蛍光X線検出器を整備し、光電子-蛍光 X 線複合分光イメージング計測を実現する。これにより検出深度が異なる分光法の同時計測から、深層界面における化学結合状態の詳細を得る。加えて、既設の KB ミラーを用いてナノ集光(130nm 程度)を目指す。現状 φ1um 集光による HAXPES イメージング計測を達成しているが、高い光量および低エミッタンスによるナノ集光を望める次期光源に向けて、本ナノ複合分光計測技術開発は現段階から必要である。総じて蛍光X線マッピングから、ナノ集光ビームにおける HAXPES 計測場所の特定が容易となり、ナノピンポイントでの電子状態や局所構造の多次元（深さ+2Dmapping)分析が可能となる整備をおこなっている。

また、最近のスピントロニクスや強相関材料研究の動向に HAXPES を対応させるため、BL09XU において光電子検出における磁気円二色性 MCD-HAXPES やとくに近藤物質の価数相転移におけるクーロン相互作用の寄与を実証することを目的とした波長走引共鳴 HAXPES 計測開発に取り組んでいる。広面積受光が可能な回転楕円形状集光ミラーによる高検出効率化を進め、BL47XU と比較して 30 倍程度の光電子捕集効率を実現している。本ポスター発表では、これまで両 BL において差別化を図ってきた HAXPES 計測の特徴比較と今後の利用展望を報告する。

光電子顕微鏡（PEEM）

放射光 X 線を用いた光電子顕微鏡（PEEM）は、試料表面の化学状態や磁気状態の2次元分布を元素選択的に観測する手法である。結像型電子レンズを用いており、観察視野内の情報を一度に取得することができるため、試料表面の化学状態変化のリアルタイム観察や、さらには放射光のパルス性を利用したサブナノからナノ秒スケールの動的観察などに有力である。SPring-8 には 2 つの軟 X 線ビームラインに 1 台ずつ PEEM 装置が備わっている。BL17SU の SPELEEM 装置（分光型 LEEM/PEEM）は放射光 PEEM 測定で 20 nm 台の空間分解能を持ち、従来の磁性・薄膜分野だけでなく幅広い応用材料の研究に安定的に利用されている。しかし、10 年を超える運用期間を経て修理や調整が必要な個所も散見されたため、2016 年 3 月にメーカー（ELMITEC GmbH）による電源修理やアライメント作業が行われた。この結果、分光モード（局所 XPS）におけるエネルギー分解能の回復、リモート操作の故障個所の回復など懸案事項の解決がなされた。BL25SU の汎用型 PEEM 装置では、レーザーや電気的外場などを用いた時間分解測定ができることが特徴であるが、老朽化による結像系周りの絶縁不良により、しばしば利用実験に支障をきたす事態が発生した。最近では対策や調整法が徐々に明らかになり、現在はユーザー利用実験が継続できる状況となっているが、大規模メンテナンスや新機種の導入など、根本的な対策が必要な時期が迫っている。SPRUC の皆様の意見を収集しながら今後の方針について議論を進めていきたい。

P-040

ナノテクノロジー利用研究推進グループの活動

利用研究促進部門 ナノテクノロジー利用研究推進グループ
木村 滋 他 グループメンバー 一同

ナノテクノロジー利用研究推進グループは，2007 年 9 月に利用研究促進部門に発足したグループで，その役割は SPring-8 放射光の特徴を最大限に活かした測定手法を開発し，ナノテクノロジー研究を推進することである．2016 年 4 月からは，ナノ先端計測支援チーム 1 チーム体制で運営している．ナノ先端計測支援チームの主な業務内容は，(1) ナノビーム開発によるナノテクノロジー利用研究の推進, (2) 時分割計測技術開発によるナノテクノロジー利用研究の推進，である．

ナノ先端計測支援チームの研究活動

・ナノビーム計測技術開発によるナノテクノロジー利用研究の推進

SPring-8 のアンジュレータ光を集光することにより，100 nm から数ミクロンのビームを利用する回折計の開発やその利用技術の開発を進めている．[1-3]

本シンポジウムでは，2015 年度の主な成果として，高エネルギー放射光集光用石英製屈折レンズの開発，[4] マイクロビーム回折用ガンドルフィ・カメラの開発，[5] レーザートラップによるナノ粒子非接触保持機構の開発，を報告する．

・時分割計測技術開発によるナノテクノロジー利用研究の推進

SPring-8 放射光のパルス性を利用するポンプ・プローブ法を中心とした時分割計測技術の開発やその応用研究を進めている．[6-10]

本シンポジウムでは，2015 年度の主な成果としては，軟X線ビームライン用高繰り返しチョッパーの開発（光量子融合連携研究開発プログラム）について報告する．

参考文献

1) N. Yasuda et al., "X-ray diffractometry for the structure determination of a submicrometre single powder grain", J. Synchrotron Rad. **16**, 352-357, (2009).
2) Y. Imai et al., "High-Angular-Resolution Microbeam X-ray Diffraction with CCD Detector", AIP Conf. Proc. **1212**, 30-33, (2010).
3) Y. Fukuyama et al., "Anomalous Lattice Shrink of a Single CeO2 Sub-micrometer Particle in an Optical Trap ", J. Phys Soc. Jpn. **82**, 114608 (2013).
4) S. Kimura and Y. Imai, “Parabolic refractive X-ray lenses made of quartz glass for high-energy X-ray focusing”, Jpn. J. Appl. Phys. **55**, 038001 (2016).
5) N. Yasuda and S. Kimura, “Measurement of Thermal Expansion Coefficient of 18*R*-Synchronized Long-Period Stacking Ordered Magnesium Alloy”, Mat. Trans. **57**, 1010-1013 (2016).
6) Y. Fukuyama et al., "Ultra-high-precision time control system over any long time delay for laser pump and synchrotron x-ray probe experiment", Rev. Sci. Inst. **79**, 045107 (2008).
7) C. Moriyoshi et al., "Synchrotron Radiation Study on Time-Resolved Tetragonal Lattice Strain of $BaTiO_3$ under Electric Field", Jpn. J. Appl. Phys. **50**, 09NE05 (2011).
8) N. Yasuda et al., "System of laser pump and synchrotron radiation probe microdiffraction to investigate optical recording process", Rev. Sci. Inst. . **84**, 063902 (2013).
9) N. Yamada et al., "Phase-Change Nanodot Material for an Optical Memory ", Adv. Opt. Matt. **1**, 540 (2014).
10) S. Aoyagi et al., "Atomic motion of resonantly vibrating quartz crystal visualized by time-resolved X-ray diffraction ", Appl. Phys. Lett. **107**, 201905 (2015).

P-041

未踏研究領域開拓グループの概要

利用研究促進部門、未踏研究領域開拓グループ
為則　雄祐

SPring-8 は共用開始から 20 年近くが経過し、利用者数の増加にともなって、利用ニーズも多様化している。また、複数のビームラインや分析手法を横断するユーザー利用の常態化など、SPring-8 の利用形態も大きく変化しつつあるとともに、次期計画など将来計画の議論も進行している。そこで、既存の形態にとらわれない新たな利用研究を活性化し、未踏の研究領域の開拓を支援することを目的として、2015 年 4 月から利用研究促進部門内に未踏研究領域開拓グループが発足した。

未踏研究領域開拓グループは、他のグループとはことなり、原則として専属の研究員やビームラインを持たない。個別の課題に応じて部門内のグループを横断して適任者を人選し、ワーキンググループ(WG)を立ち上げて活動する。既存のグループやビームラインを横断し、自在に WG を形成して活動することにより、既存の利用の枠組みを超えた柔軟な利用支援活動を展開している。部門の運営戦略に沿って、新たな利用分野の開拓からビームラインン利用技術の高性能化に至るまで、SPring-8 の利用研究に関わる幅広い課題に機動力を持って対応することを目指して活動を行っている。

グループの活動を開始した 2015 年度は、"次世代光源の利用に関するワーキンググループ"を編成し、SPring-8 次期計画を中心として将来光源の利用に関する議論や、情報収集を中心に活動を行った。一グループ内の勉強会として活動を開始した当ワーキンググループは、本年度は、部門内を横断した将来計画の検討部会として、その活動の幅を広げてゆく予定である。その他、SPRUC 分野融合と連携し、新しい新分野創成課題の立ち上げ支援などにも着手した。さらに、フードサイエンス・社会文化利用など、SPring-8 の萌芽的な研究分野の活性化も視野に入れて、新たな WG の立ち上げを検討している。シンポジウムでは、この一年間の活動内容ならびに、現在進めている分野開拓の状況について報告する。

P-042

技術支援グループの活動

JASRI 利用研究促進部門　技術支援グループ
宇留賀朋哉(GL)，小口拓世(TL)，福居知樹，小林俊幸，入江崇起，
竹本道教，東山将弘，植良啓，花田実，川瀬守弘，早賀紀久男

技術支援グループは、技術支援チーム 1 チームから構成される。技術支援グループの概要とこの 1 年間の活動状況について報告する。

● グループの概要

技術支援グループが担当している主な業務は、以下である。

- ✧ 共用ビームラインの設備・機器の保守・管理
- ✧ 共用ビームラインにおける利用支援・高度化に関わる技術支援
- ✧ 共用共通物品の保守・管理
- ✧ 工作室の維持管理、安全講習会の実施

上記業務に対して、ビームライン担当者等と密接に連携・協力して当たっている。

● ビームライン高度化に関わる開発支援

この 1 年に実施したビームライン高性能化を目的とした開発支援の事例を以下に挙げる。

✧ In-situ 実験用可搬式反応ガス混合ラックの製作(BL01B1)(図 1)

in-situ ガス雰囲気測定に用いる反応ガスを純ガスから混合するシステムを搭載した可搬式ラックを製作した。入力ガスポートは6系統、それらを任意の割合で混合したガスを出力できるポートを1系統搭載した。

✧ トルクリミット機構付きウォーブルスティックの製作(BL25SU)(図 2)

試料を MCD 装置内ホルダーに取り付ける際に、固定用ロッドの先端のねじ部に必要以上のトルクがかかることを防ぐリミット機構をもつハンドルスティックを設計・製作した。

✧ X 線分光測定用冷凍機架台の製作(BL39XU)

X 線吸収分光測定および発光分光測定用の冷凍機を保持するための架台の設計・製作を行った。遠隔制御による冷凍機の精密位置調整機構を装備することにより、試料を光軸上に精密設置する作業が効率化された。

✧ スリップリング内蔵型精密試料回転ステージ及び小型自動 XY ステージの製作(BL47XU)(図 3)

ステージ回転時に試料位置調整用ゴニオメーターに接続したケーブル類のねじれを防ぐため、回転軸の中空部にスリップリングを内蔵した回転ステージを製作した。また試料ホルダー周辺部を小型自動 XY ステージを製作し、従来よりもコンパクトに設計を行った。

図 1

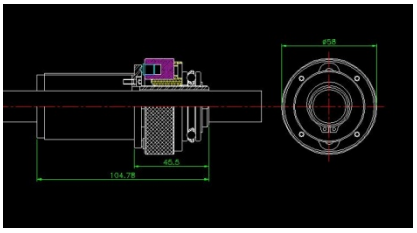


図 2

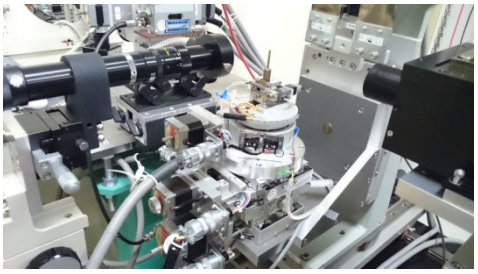


図 3

P-043

産業利用Ⅰ,Ⅱ,Ⅲビームラインの機器整備状況

JASRI 産業利用推進室 産業利用支援グループ
佐藤 真直 他

産業利用推進室が担当している共用ビームラインである産業利用Ⅰ(BL19B2)、産業利用Ⅱ(BL14B2)、及び産業利用Ⅲ(BL46XU)では、高能率で再現性の高い測定を目指して自動化を中心とした機器整備を行っている。以下に2015年度に実施した機器整備の中で2016A期より利用に供している装置・技術、もしくは次の課題申請(2017A期)より利用に供する予定の装置・技術を中心に機器整備状況について報告する。

【産業利用Ⅰ BL19B2】

散乱・回折及びイメージングの実験を受け入れているBL19B2では、粉末X線回折と小角散乱を中心にすすめてきた測定高効率化開発は2014年度で一段落したため機器老朽化への対応に着手し、ステッピングモーターコントローラーの全更新を行なってPCとの安定な通信を確保できた。また、BL19B2の多軸回折装置用にも薄膜試料加熱装置を導入し、BL46XUと同様に高温環境下での薄膜試料(板状試料)からの回折が測定できるようになった。更に、嫌気性試料のGIXDに対応するため大気非暴露で雰囲気ガス交換ができる試料容器を作成し利用実験に供した。

図1 嫌気性試料GIXD用容器

【産業利用Ⅱ BL14B2】

昨年度BL14B2に導入したDSPをもちいたquick scanの蛍光XAFS測定が可能になった。これにより、透過XAFSに加えて蛍光XAFSにおいてもリモートXAFS測定の実施に目途がついた。

【産業利用Ⅲ BL46XU】

フレネルゾーンプレートをもちいた局所X線散乱技術の利用の本格化に対応して、試料上の測定位置を観察する同軸顕微鏡を導入した。これにより食品油脂の局所X線回折測定が効率的に実施できるようになった。

多軸回折装置はシンチレーションカウンタとスリット系からなる従来の検出系に加えて、二次元検出器用の駆動軸を追加する大改修を行った。これにより、二次元検出器による時分割測定と定量性が高いシンチレーションカウンタの両方を利用した測定が可能となった。

また、新規に導入したOsコーターを用いて前処理を行うことにより、従来は測定が困難であった一部の絶縁物試料のHAXPES測定が可能になった。

図2 改造後の多軸回折装置 BL46XU

P-044

タンパク質結晶解析ビームラインの現状

(公財)高輝度光科学研究センター　タンパク質結晶解析推進室
長谷川和也, 馬場清喜, 水野伸宏, 奥村英夫, 河村高志,
Nipawan Nuemket, 村上博則, 仲村勇樹, 熊坂崇, 八木直人

【概要】JASRI タンパク質結晶解析推進室では、BL41XU と BL38B1 の 2 本の共同利用ビームラインについて維持管理とその利用者支援（理研 BL26B1 の共用枠を含む）を行うとともに、利用者のニーズに対応する高度化・高性能化研究として、(1)ビームラインでの実験の自動化も含めた構造決定の迅速化と、(2)従来では解析困難であった領域(微小結晶測定や超高分解能構造決定など)への解析可能範囲の拡大を行い、さらに高度化・高性能化研究に資するタンパク質の結晶構造解析も行っている。

【ビームラインの現状】当推進室で維持管理・高性能化を行っている 2 本のビームラインについて、以下に述べる。
・BL41XU (構造生物学 I ビームライン) : 2014 年度に実施した巨大分子微小結晶に対応した微小ビーム系と高速測定システムの構築は順調に進み、多くのユーザーが利用している。また、理研で開発された測定ストラテジー最適化ソフトウェア KUMA, SHIKA をインストールし、LCP 法による膜タンパク質結晶の測定などに利用されている。
　今年度は、昨年度に引き続いて 20-35 keV の高エネルギーX 線を利用した高分解能測定用の回折装置の整備を実験ハッチ 1 にて進めた。X 線屈折レンズにて集光し 10-50 μm 角のビームの提供に成功、蛍光体 CsI を 300 μm に厚くした CMOS フラットパネル検出器との組み合わせで、ある蛋白質結晶から 0.45 Å を超える高分解能データを取得することができた。また、Serial Synchrotron Crystallgraphy 法を水銀誘導体結晶に適用して、多数の微小結晶(10 μm 程度)から高精度データの取得と SAD 法による位相決定に成功した。さらに、測定高速化に対応して試料交換ロボットの大容量化を完了し、現在はその高速化と遠隔実験の環境整備に取り組んでいる。なお、これらの高度化の一部は創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業の下で実施された。
・BL38B1 (構造生物学 III ビームライン) : 2014 年度の特別推進課題「BM-BL 活用のための高精度高効率回折測定基盤構築」から、引き続き高性能化を進めている。従来対象としてきた 50 μm よりも微小な結晶や膜タンパク質・巨大分子など回折能の低い結晶にさらに対応するため、今年度中に分光結晶やその保持方法の改良等を行って、最大 2 倍の強度増加を目指している。また、開発を進めている試料雰囲気の湿度調整装置を高性能化して 4 ℃にも対応できるようにして、温度依存的な構造変化もとらえられつつあるほか、室温では結晶性が損なわれる試料にもキャピラリーレスマウントができるようになり SACLA での時間分解測定にも応用されている。従来型の湿度調整装置は BL26B1 にも導入して、室温測定環境を拡大している。
　なお、両ビームラインでは、遺伝子組み換え生物等取扱いのために準備していた、バイオセーフティレベル 1(BSL-1)への対応が済み、受け付けを開始した。

【ビームラインおよび付帯機器等の運用】 ビームライン高度化による測定時間の短縮化に合わせて進めてきた、よりタイムリーかつフレキシブルなビームタイム配分のための新ルールでの運用は順調に進んでいる。従来からアンジュレータビームラインは人気が高く、利用できないとの不満も多かったが、年 4 回の希望調査に沿ってきめ細かく配分を行ったところ、以前より配分課題数が増加した。また、理研 BL26B1 の共用枠拡大も相まって、随時利用の利便性が向上している。昨年度末に導入した結晶試料調製環境（微量分注可能な結晶化ロボット＋観察装置）についても、課題採択者の利用に向けて調整を進めている。

P-045

SPring-8 の利用制度等について

公益財団法人高輝度光科学研究センター　利用推進部　共用推進課

A　2017A 期以降の SPring-8 の利用制度等の変更点

1．社会・文化利用課題の指定期間延長

社会・文化利用課題は、領域指定型の重点研究課題として JASRI が指定し、2015A～2016B 期に公募・実施されている。この指定期間を 2 年間（2018B 期まで）延長する。

2．産業新分野支援課題の申請要件変更

領域指定型の重点研究課題である産業新分野支援課題の申請要件に、一般課題（産業利用分野）と同様に、「実験責任者または共同実験者に、民間企業または産業界に準ずる機関等に所属する者を含む」という要件を追加する。

3．産業利用 BL19B2 の配分ビームタイム変更（試行）

産業利用 BL19B2 での測定代行課題（粉末 X 線回折と小角散乱）が増加傾向にあり、ビームタイムが配分できない状況が発生していることから、下記の通り配分ビームタイムを変更する。

＜2016B 期まで＞　定期公募 80% ＋ 高度化・調整 20%

＜2017A 期より＞　定期公募 75% ＋ 測定代行 5% ＋ 高度化・調整 20%

4．大学院生提案型課題の申請要件変更

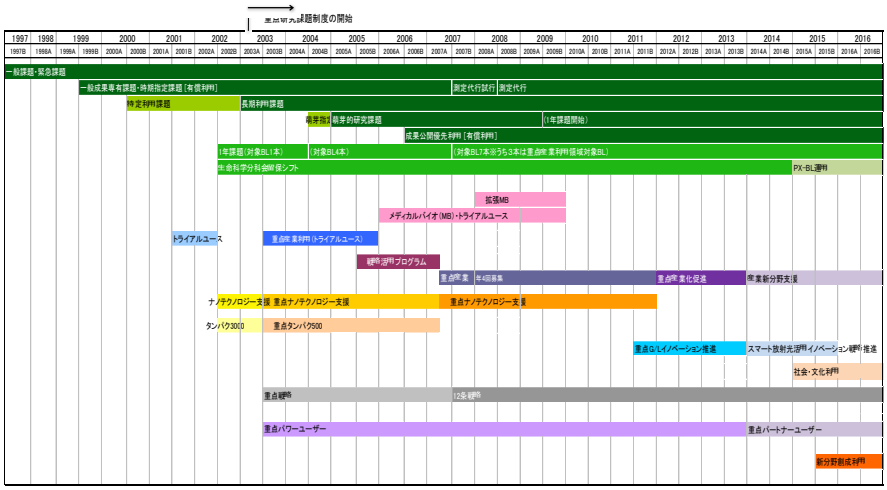
大学院生提案型課題（旧名：萌芽的研究支援課題）の申請要件を、大学院博士後期課程の大学院生のみに変更する。

5．連携利用対象施設の拡大（SPring-8、J-PARC/MLF、「京」に SACLA を追加）

SPring-8 では、「特定放射光施設の共用の促進に関する基本的な方針」等に基づき、2014A 期より J-PARC/MLF および「京」と連携利用促進を実施中である。新たに連携利用対象施設に SACLA を追加し（3 施設連携利用 → 4 施設連携利用）、連携利用の一層の促進・拡大を図る。

B　その他　既利用制度

一般課題（成果専有可）、
長期利用課題、緊急課題、
成果専有時期指定課題、
測定代行課題、
成果公開優先利用課題、
パートナーユーザー課題、
新分野創成利用課題



タンパク質結晶構造解析 PX-BL の一部においては、成果非専有（成果公開）課題においても、試料の郵送・所外からの測定や、スタッフによる測定も可能です（但し、事前のお問い合わせが必須です）。

次回 2017A 期の課題公募開始は 11 月頃、募集締切は 12 月頃を予定

http://www.spring8.or.jp/ja/users/proposals/call_for/

P-046

SPring-8 における研究成果の管理・分析の取り組みについて

公益財団法人高輝度光科学研究センター　利用推進部　利用情報課

1. 実施課題の成果登録の有無をワンクリックで確認可能な「成果未登録課題確認機能」の提供

SPring-8 User Information マイページに「成果未登録課題確認機能」が追加されました（図 1）。ログイン後にトップメニューの『成果未登録課題確認』をクリックするか，https://user.spring8.or.jp/s/myresults からアクセス可能です。

【主な機能】①課題別の成果公開期限の表示　②成果公開期限延期申請書のオンライン提出（期限 1 年前から有効）
③延期申請結果の表示　④利用研究成果集の査読状況の表示　⑤成果登録及び承認状況の表示

図 1. 成果未登録課題確認インターフェイス

2. 研究分野別の成果登録状況の分析（研究成果データベースと外部データベースとの連携）

Thomson Reuters 社の研究評価・分析ツール“InCites”を用いて，SPring-8 研究成果データベース（https://user.spring8.or.jp/uisearch/）に登録された利用研究成果の研究分野別競争力などの分析を進めています（図 2）。

3. 利用者支援システムの蓄積データによるビームラインアクティビティの分析・活用

運用開始から 10 年以上が経過した利用者支援システムの膨大な蓄積データからビームラインの“パフォーマンス”を分析し，有力な新規分野開拓等に活用するためのツールを試作中です（図 3）。

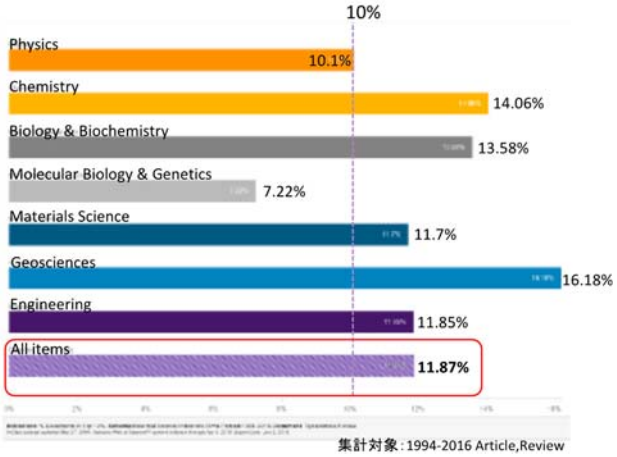


図 2. ESI-22 分野別論文数の多い分野 Top-7 と全登録論文の Top10%論文比率

図 3. ビームラインアクティビティ（応募・採択課題数，実施シフト数，来所者数，登録論文数等）の表示例

P-047

登録施設利用促進機関 JASRI における普及啓発活動

(公財)高輝度光科学研究センター　利用推進部、研究調整部

登録機関 JASRI では、SPring-8 の利用拡大と利用研究成果の最大化を目的として、イベント、ウェブ、刊行物などのツールを活用して、普及啓発活動を行っている。

1. 新分野の開拓、新規利用者の発掘

(1)大学院生向け:大学院生提案型課題(旧名:萌芽的研究支援課題)、夏の学校

大学院生提案型課題では、博士後期課程在籍の大学院生が主体(実験責任者)となって応募可能な課題で、学生でも無理なく課題を実施できるように、旅費及び消耗品実費負担費等を支援する。

SPring-8 夏の学校では、大学院生が座学と実習を通じて放射光利用実験に必要な知識と経験を習得できる。

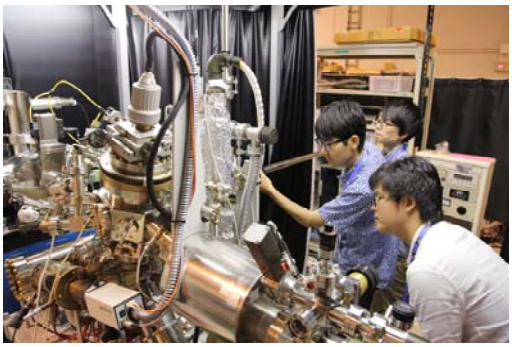


図 1. 夏の学校の実習風景

(2)研究者向け:学会展示、セミナー、ワークショップ

放射光利用者の発掘が期待できる応用物理学会や日本生物物理学会、日本化学会などに対して、イベント出展やセミナーの開催により、学会員向けに放射光利用の有用性や活用事例を紹介している。また、放射光利用者の少ない学会を対象にしたワークショップ等の会合を開催し、新規利用者の発掘を行っている。

(3)利用者、潜在的利用者向け:利用事例紹介(ウェブ)

SPring-8 ホームページより、主な試料や測定手法から利用事例を確認することができる。当該ページには相談窓口が併記してあり、個別相談も可能である。

利用事例・相談窓口 http://www.spring8.or.jp/ja/science/academic/

また、利用相談画面に直ぐに辿り着けるよう配置した。

図 2.　利用相談画面の場所変更

(4)技術習得希望者向け:研修会、講習会

粉末回折測定研修会や XAFS データ解析講習会などの研修会・講習会では、講習・実習を通して実験の方法や特徴を学ぶとともに測定技術の習得が可能。また、SPring-8 で得られた測定データの解析法も習得することができる。

2. 成果の発信

JASRI では、プレスリリース、コンファレンス、報告会、ホームページ、パンフレットなど、いろいろなツールを通じて SPring-8 利用成果を情報発信している。また、SPring-8 が寄与した受賞情報をホームページに掲載している。さらに、SPring-8 利用者・利用成果がメディアや機関誌等で取り上げられる場合には、SPring-8 での取材・撮影を積極的に受け入れている。

3. その他

利用制度や課題募集などに関する情報を発信している。また、これに関連して、課題募集や報告書の作成・提出作業がスムーズに行えるよう、利用者のニーズに沿ってシステムを改良し、利用者の利便性向上に努めている。

また、SPRUC と連携して SPring-8 の利用に係る情報を発信している。

P-048

FSBL におけるソフトマター材料の階層構造評価

FSBL 産学連合体　代表　石井孝浩、副代表　中瀬古広三郎
運営委員会委員長　金谷利治、副委員長　岩田忠久、田中敬二

BL03XU は我が国初のソフトマター専用ビームラインである。日本の代表的化学・繊維企業と大学等の学術研究者で構成される 19 研究グループにより構成されたコンソーシアム「フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン(FSBL)[1]」が管理・運営している。本ビームラインは、繊維・高分子材料を中心としたソフトマテリアル材料における階層構造を評価することを目的とし、透過型小角/広角 X 線散乱(SAXS/WAXS)測定システム及び微小角斜入射小角/広角 X 線散乱(GISAXS/GIWAXS)測定システムが整備されている。以下に、測定システム概要と近年の整備・高度化の状況を示す。

高分子材料においてはサブナノメートルからマイクロメートルもの階層構造を有することが知られており、BL03XU においてはこのマルチスケール構造評価のために、広角 X 線散乱測定から超小角 X 線散乱測定を組み合わせたさまざまな測定が実施されている。また、それらの構造は材料中で均一に存在しておらず、積層フィルム断面構造、不均一に相分離した局所的構造、球晶の内部構造など、X 線マイクロビームを用いて局所観測領域に存在する数十ナノメートルの構造評価が実施されている。サブナノメートルから数十ナノメートルの構造評価については、FZP(フレネルゾーンプレート)による集光ビームやピンホールコリメート型マイクロビームを用いた広角・小角 X 線散乱法により達成が可能である。しかしながら、百ナノメートルを超えるような周期構造体の位置依存性評価については実施されていなかった。そこで、この空間領域の構造評価を達成するための X 線マイクロビームを用いた超小角散乱法の開発を行った。大きな構造に由来する散乱が出現する極小角領域を分解能良く観測するためには、試料と検出器の距離を長く確保するとともに寄生散乱を低減させる必要がある。BL03XU においてはスリット光学系による寄生散乱除去ではなく、Si 単結晶を用いる寄生散乱除去法を用いて極小角散乱光学系に導入した。この光学系とピンホールコリメートマイクロビームを組み合わせることで、マイクロビーム極小角 X 線散乱測定を達成し、マイクロメートルスケールの位置分解能における数十～数百ナノメートルの構造評価を行ことが可能となった。Figure 1 に BL03XU にて構造評価可能な空間領域を示す。今回整備した手法により評価できる領域は図の μUSAXS という空間領域となる。試料中のサブナノメートルからマイクロメートルまでのマルチスケール構造を、1 マイクロメートルから数百マイクロメートルの位置分解能にて構造評価することが可能となった。

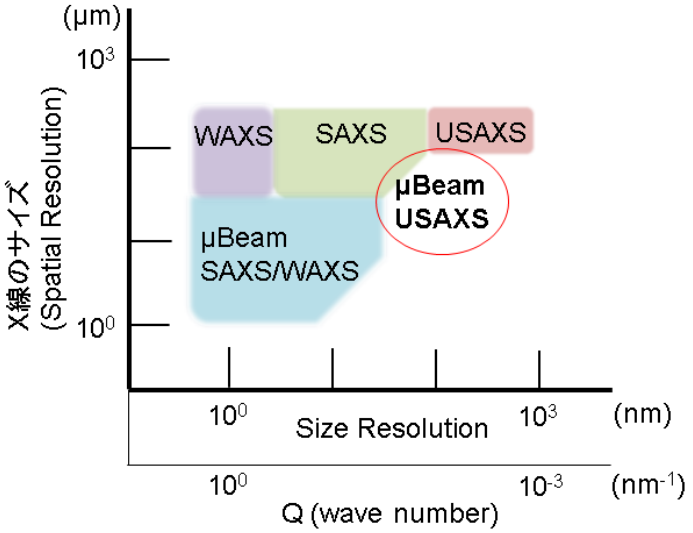


Figure 1　BL03XU において散乱法を用いて構造評価可能な空間領

P-049

分割型クロス・アンジュレータによる新しい測定技術の開発

東京大学放射光連携研究機構、東京大学物性研究所
松田巌、原田慈久、和達大樹

SPring-8 BL07LSUには8 台の水平／垂直偏光型8 の字アンジュレータセグメントを組み合わせた偏光制御型軟アンジュレータが設置されている。そして本光源を活用した先端的実験装置（時間分解分光実験装置、軟X線発光分光実験装置、3 次元ナノビーム光電子解析装置）が常設されて全国共同利用実験が実施されていると共に、フリーポートステーションにおいても軟X線回折や雰囲気光電子分光などの実験が行われている。

このクロス・アンジュレータは最近海外のX 線自由電子レーザー施設でも導入され始めているが、蓄積リング型のものでは本ビームラインのものが世界唯一であり、また分割型を採用しているため偏光制御型アンジュレータとしても世界最先端である。このたびJASRI と理研に協力いただき、直線偏光から円偏光の切り替えが連続的、かつ100ms で偏光スイッチングが制御できるようになった。本ポスターではその光源及び制御のシステムを解説すると共に、本高速スイッチングを活かした物性実験の結果を紹介する。

図 1.　SPring-8 BL07LSU 高速の偏光制御が可能な分割クロス・アンジュレータ

参考文献

1) **New soft X-ray beamline BL07LSU at SPring-8**, S. Yamamoto *et al.*, J.Syn.Rad. **21**, 352-365 (2014).
2) **Developing an electromagnet phase shifter using a pair of cut-core coil for a cross undulator**, I. Matsuda, A. Kuroda, J. Miyawaki, Y. Kosegawa, S. Yamamoto, T. Seike, T. Bizen, Y. Harada, T. Tanaka, and H. Kitamura, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research A **767**, 296–299 (2014).

P-050

原子力関連施設の水素爆発防止ための水素再結合触媒

日本原子力研究開発機構・物質科学研究センター
西畑保雄、松村大樹、辻 卓也

東日本大震災での東京電力株式会社福島第一原子力発電所（1F）の水素爆発以来、電源を必要としない水素処理装置 PAR（Passive Autocatalytic Recombiner）の関心が世界的に高まっている。PAR は発生した水素と空気中に存在する酸素を触媒反応により再結合させて水に戻す働きをする触媒装置である。世界的には前世紀より研究開発が行われてきており、主として欧州の原子力発電所を中心に普及してきていたが、3.11 の時点では、日本の原子力発電所に PAR は全く設置されていなかったのが実情である。また、PAR は軽水炉の安全確保のみならず、長期間にわたる放射性廃棄物保管時に発生する水素処理にも適していると考えられる。原子力機構は平成 24～27 年度にかけて資源エネルギー庁からの受託研究「発電用原子炉等安全対策高度化技術基盤整備事業（水素安全対策高度化）」を実施した。そのプロジェクトでは PAR の国産化も視野に入れ、ダイハツ工業と川崎重工業と共同で研究開発を行ってきた。PAR には小型・軽量、耐久性、大量生産性に優れた自動車触媒を採用しているのが特徴である。しかしながら、高線量で高湿度という自動車排ガス中とは異なった環境に置かれ、被毒要因も異なっており、触媒反応メカニズムを放射光 SPring-8 により調べた。

ここでは、昇温反応法（TPR）と実時間分割 XAFS の連動測定（TPR-XAFS）を利用して、水生成反応時における Pt 金属触媒の構造変化を明らかにし、特に CO による反応阻害効果を詳しく調べた一例を紹介する。ビームライン BL14B1 において、通常の透過法分散型 XAFS セットアップにて実験を行っており、Si (111)反射面を Bragg 配置にて使用し、分光結晶は半径 1500 mm 程度に湾曲させ、Pt L_3 吸収端近傍の光を 400 eV 程度の幅で取り出した。試料はアルミナ担持 Pt 微粒子を用い、XANES 領域に焦点を絞って測定を行った。

図 1 には、TPR-XAFS によって得られた各ガス成分の変化、及び、Pt L_3 吸収端 XANES スペクトルから得られたホワイトラインのピーク強度とピーク位置の変化を示す。時間軸の 0 点にて、H_2(2%) + O_2(5%) + CO(2%)を導入し、グラフ内の縦点線の位置から 10 K/min で昇温を開始している。ガス導入直後は H_2 が強く観測されているが、120 ℃ 付近から水生成反応が急速に起こり、H_2 の減少と H_2O の上昇が観測されている。同時に、CO の酸化反応も始まり、CO_2 の急速な生成が見て取れる。XANES スペクトルの変化を見ると、ガス導入直後からピーク位置の緩やかな正方向のシフトが観測され、これは表面が CO で覆われていることと解釈される。H_2 及び CO の酸化反応が開始する 120 ℃ 付近では、ピーク位置の急激な負方向のシフトと、ピーク強度の急激な正方向の変化が観測され、表面吸着 CO が除去されると全く同時に、Pt 微粒子表面が酸化膜で覆われることが見出された。

以上の結果を含め、本研究では、貴金属表面の酸化膜形成と CO 吸着の競合を XAFS により観察することに成功した。雰囲気中の水素が酸化膜から酸素を奪う過程は貴金属種と担体種に依存し、制御できることが分かった。また、シビアアクシデント時の溶融炉心とコンクリート床の反応（MCCI）により大量に生成されると考えられている一酸化炭素（CO）にも室温から影響されない触媒反応の解明に成功した。

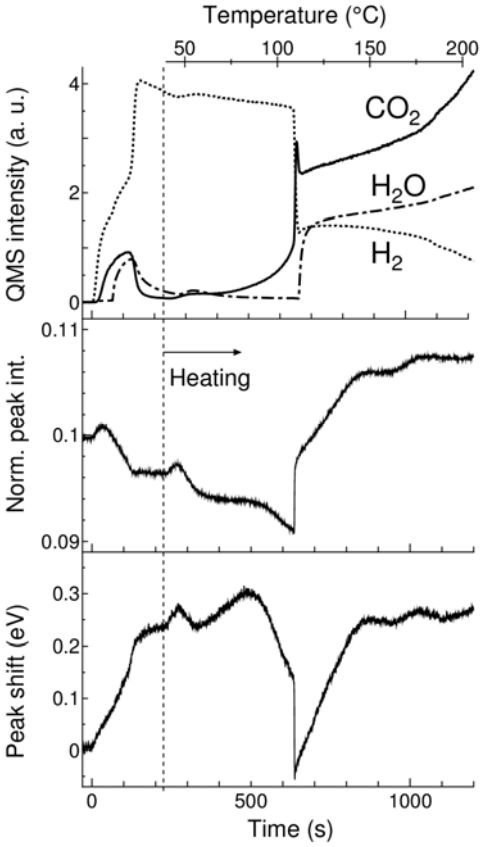


図 1. TPR-XAFS 連動測定によって得られた各ガス強度（上）、Pt 吸収端ホワイトラインピーク強度（中）及び位置（下）

P-051

量子科学技術研究開発機構専用ビームライン

量子科学技術研究開発機構

小西啓之、片山芳則、高橋正光、稲見俊哉、三井隆也、坂井徹、池田隆司、綿貫徹

平成 28 年 4 月 1 日に発足した国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構（量研機構/QST）の量子ビーム科学研究部門では、高崎量子応用研究所と関西光科学研究所*)を活動の拠点とし、荷電粒子・放射性同位元素（RI）、中性子、光量子、放射光などの様々な量子ビームの発生・制御やこれらを用いた高精度な加工や観察などに係る最先端の技術開発を行うことを目標としている。この中でも放射光は、量子ビームの観察すなわち「観る」機能の中核を担うものである。同部門の放射光科学研究センターでは、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構（原子力機構）から承継した大型放射光施設 SPring-8 にある 2 本の放射光ビームライン（BL11XU, BL14B）と原子力機構ビームライン（BL22XU, BL23SU）における複数の実験装置を用いて、放射光科学研究を推進している。

QST 極限量子ダイナミクスビームライン I（BL11XU）では、先端的放射光利用技術の開発を運用方針とし、その開発技術を用いて機能性材料の性能向上への貢献や基礎物性物理の最前線への寄与を進め、以って革新的成果、シーズの創出を目指している。放射光メスバウアー分光装置では、エネルギー幅が neV の超単色 X 線を生成し、その線質（バンド幅・偏光等）を制御することにより、一原子層レベルの局所磁性探査を可能としている。それを利用して、磁性材料やスピントロニクスデバイスをはじめとする機能性材料研究を推進している。表面 X 線回折計では、窒化物およびヒ化物III-V族化合物半導体結晶成長のその場観察を可能としている。発光デバイスやパワーデバイス等の省エネルギーデバイスおよび高効率太陽電池等の開発研究に寄与を目的とし、半導体薄膜結晶や半導体ナノワイヤーなどの結晶成長観察を行っている。また、共鳴非弾性 X 線散乱（RIXS）装置では、銅酸化物高温超伝導体など強相関電子系の電子励起の観測を行っている。QST 放射光科学研究センターの理論グループと協力して多体効果の影響を強く受け多自由度が複雑に関わりあった電子ダイナミクスの解明を進めている。

もう一つのビームラインである QST 極限量子ダイナミクスビームライン II（BL14B1）では、物質材料開発を運用方針としている。BL14B1 は白色 X 線光源の特色を活かした時分割・オペランド測定に特長を持つ。高温高圧プレス装置では、圧力温度 13 GPa, 2500℃に至る極限環境下での反応による結晶構造変化を時分割その場 X 線回折実験でリアルタイムに観察しながら高温高圧合成を行うことが可能である。高温高圧合成法は、特に蒸気圧の高い元素を含む物質の新規化合物合成に威力を発揮する。その特長を活かして、水素貯蔵材料を主とした新規環境・エネルギー材料の探索を行う。また、原子力機構所有の装置による実用試料環境下での高速時分割 XAFS 測定および原子２体分布関数測定、X 線回折測定と併せることにより、新規材料創成からその材料に対する一連の評価が総合的に行うことを可能としている。

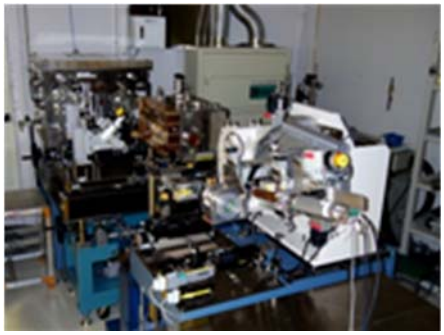


図 1.　放射光メスバウアー分光装置（BL11XU）

図 2.　高温高圧プレス装置（BL14B1）

QST 放射光科学研究センターは、これらのビームラインを、大学における教育・研究、および、研究機関の実施する研究開発、民間企業での商品開発に役立てて頂き、ひろく物質材料研究の発展に貢献することも目標としている。そのため、微細構造解析プラットフォームの実施機関として、SPring-8 に専用ビームラインを持つもう一つの実施機関である原子力機構と協力して産官学の研究開発の支援を行っている。

*) 量研機構・関西光科学研究所 HP:　http://www.kansai.qst.go.jp/index.html

P-052

台湾光子源 TPS と SP8 台湾ビームライン

國家同步輻射研究中心（NSRRC）SPring-8 台湾ビームラインオフィス
平岡望、吉村政人、石井啓文、廖彦發、崔古鼎、鍾世俊

SPring-8 台湾ビームライン(BL12XU / BL12B2) は國家同步輻射研究中心（National Synchrotron Radiation Research Center / NSRRC）が運営している専用ビームラインである。BL12XU はアンデュレーターを光源とする ID ビームラインであり、メインライン・サイドラインの二つのブランチを持つ。メインラインではX線非弾性散乱が主に行われているが、それ以外にもX線干渉光学実験、その素子開発も行われている。一方サイドラインでは硬X線光電子分光が行われている。BL12B2 は電磁石を光源とする BM ビームラインである。単結晶／粉末X線回折、X線吸収、タンパク質結晶構造解析などを行う汎用ビームラインである。2001 年の共用開始以来、順調に課題数・論文数ともに増加してきた。

一方で、その間、台湾国内では 3GeV 放射光施設 - 台湾光子源(TaiwanPhoton Source / TPS)の新規建設が議論され、ついに 2010 年、グランド・ブレーキングに至った。建設は順調に進み、2014 年末にはファーストビームの観測を、2015 年末には目標としていた蓄積電流値 500mA を達成し、その後もコミッショニングが進んでいる。TPS は最先端中型リングと自負するとおり、10keV 以下では SPring-8 に匹敵あるいは凌駕する性能が期待される。しかしながら、10keV 以上では依然 SPring-8 に分がある。SPring-8 台湾ビームラインは高い次元での両施設の相互利用を目指す。

P-053

物質・材料研究機構ビームライン BL15XU の現状

[1] 国立研究開発法人物質・材料研究機構、[2] スプリングエイトサービス(株)
勝矢良雄[1]、小原真司[1]、田中雅彦[1]、上田茂典[1]、嶋田恵朋[2]、安田祐介[2]、
Chulho Song[1]、Loku Singgappulige Rosantha Kumara[1]、Yanna Chen[1]、Natalia Mueller[1]、坂田修身[1]

国立研究開発法人物質・材料研究機構(NIMS)のビームライン BL15XU では、1) NIMS ナノ材料科学環境拠点(GREEN)電池分野等の内部課題、2)ナノテクノロジープラットフォーム事業、元素戦略プロジェクト[拠点形成型]電子材料領域(東工大元素戦略副拠点)を通じての外部連携による実験課題を遂行している。また、3)先端機能物質・材料の開発・合成に欠かせない基本的な知見である結晶、ナノ粒子、アモルファス材料の原子構造や電子構造の解析手法を開発し、材料の評価に用いている。

平成 27 年度もこれまでに引き続き、新規測定手法・装置の開発や、周辺装置の整備等のビームライン基盤技術の拡充を行った。新規測定手法・装置としては、X 線全散乱計測基盤の整備を開始した。また、ビームライン基盤技術の整備として、昨年に引き続き、集光光学系の高度化を行った。これらについては、本シンポジウムで報告を行う。

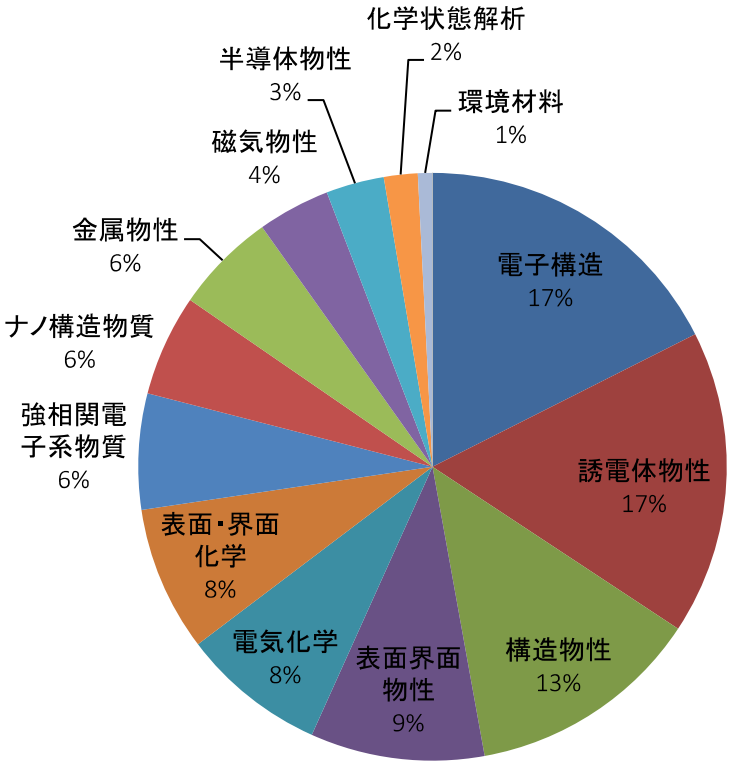


図 平成 27 年度実施課題の分野別内訳

平成 27 年度の実施課題の分野別内訳を図に示す。元素戦略に関連した電子材料を始め、触媒・電池材料、磁性材料、構造材料など出口指向が明確な材料を対象とした課題を実施した。分野別内訳については昨年度と比べて大きな差は見られなかった。実験手法としては硬 X 線光電子分光法が 54%、薄膜 X 線回折法が 33%で、残りの 13%が高分解能粉末 X 線回折法であった。硬 X 線光電子分光法と X 線回折法の割合は、例年とほぼ同じ割合であった。実施課題数は、NIMS 内部が 29、NIMS 外部が共同研究を含めて 28 となり、昨年度に比べると NIMS 外部からの課題が増加し、内部と外部の数がほぼ等しくなった。

本シンポジウムでは得られた成果の中から、硬 X 線光電子分光法を用いた合金ナノ粒子の研究成果[1)]、GaN の研究成果[2)]について紹介する。

参考文献

1) A. Yang, O. Sakata, K. Kusada, T. Yayama, H. Yoshikawa, T. Ishimoto, M. Koyama, H. Kobayashi, and H. Kitagawa, *Appl. Phys. Lett.* **105**, 153109 (2014).
2) T. Ohsawa, S. Ueda, M. Suzuya, Y. Tateyama, J. R. Williams, and N. Ohashi, *Appl. Phys. Lett.* **107**, 171604 (2015).

P-054

サンビーム BL16XU と BL16B2 の現状

サンビーム共同体(株式会社豊田中央研究所)
妹尾与志木

サンビーム共同体について

サンビーム共同体（正式名称：産業用専用ビームライン建設利用共同体）は、SPring-8 の産業用の専用ビームライン（BL16XU および BL16B2）を建設、運用する任意団体として、SPring-8 稼働前の 1996 年に発足し、ほぼ 20 年にわたり活動を継続している。参加企業は、12 社+1 グループの 13 団体で、発足から現在に至るまで、権利と義務を平等に分配する原則で運営している。すなわち、運営資金、設備保有、ビームタイム等をすべて 13 等分しているほか、共同体の責任社である「幹事会社」も 1 年任期の持ち回りとしている。また、新しい技術の導入や新設備の購入は全社で議論の上、役割を分担しながら共同で推進している。専用ビームライン契約は最初 1998 年に締結され、2008 年に再契約を行っている。中間評価、再契約などをひとつの節目として、比較的大きな新技術導入や、設備更新を行っており、現在、図 1 に示すような実験設備を有している。

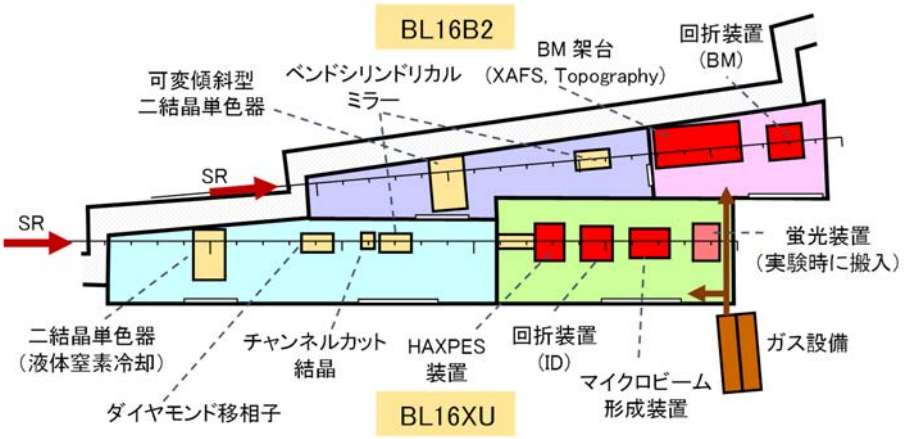


図 1. BL16XU および B2 の全体構成。実験設備として、赤・薄赤で示す装置を有する。

最近の活動状況

近年で最も大規模な技術導入であった HAXPES（2013 年装置購入、14 年稼働開始）が多くの利用者を集めて BL16XU での基幹技術の一つになりつつある。今後の技術を考える上では、2018 年の次の再契約（申請予定）、さらには「SPring-8-II」が非常に大きな要素となる。これらを考慮しながら以下のような技術開発を行っている。

(1) イメージング機能の高度化(BL16B2)

従来のトポグラフィー像に強い影が生じる現象の主因が FE 部にあるグラファイトフィルターであることを突き止め除去した（図 2）。その結果、分光結晶の汚染像が明確になり、現在、結晶ホルダーを改良して結晶ローテーションを企図しているほか、結晶の取り付けひずみを同ビームラインで見積もれるように検討中である。

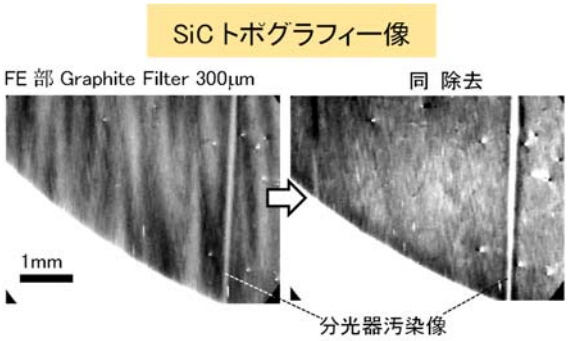


図 2. BL16B2 におけるイメージング機能検討結果の例

(2) マイクロビーム実験の高度化(BL16XU)

試料ホルダーを He チャンバーで囲って蛍光信号の S/N 比を大幅に向上させたほか、試料ステージに取り付けたピエゾの駆動を XAFS 測定系と連動させ、1μm ステップの 2 次元画像を 1eV ずつ走査していく 2 次元 XAFS の手法を確立させた。

P-055

RISING II ビームライン BL28XU の蓄電池分析技術

京都大学産官学連携本部、工学系研究科
木内久雄、河口智也、森田将史、福田勝利、小久見善八、福永俊晴、松原英一郎

CO_2 排出量を減らし持続的発展社会を実現するために、世界各国で次世代自動車の大規模な研究開発が進められており、特に従来の蓄電池の耐久寿命や容量(エネルギー密度)を飛躍的に向上させる革新的な蓄電池の実用化が待望されている。これまで世界の蓄電池産業をリードしてきた我が国が引き続き本分野を牽引するためには、研究開発をさらなる加速が求められている。そのような状況下で、2009 年から 2016 年まで行われた革新型蓄電池先端科学基礎研究事業(RISING)事業では "Begin with the basic"の理念の基、放射光分析技術による蓄電池反応の理解のために、2011 年より BL28XU を建設・運用し、硬X線を用いた回折・分光手法による蓄電池の内部での反応を観察する手法を開発して蓄電池の解析を行ってきた(図1)。この RISING の成果を踏まえ、2016 年から革新型蓄電池実用化促進基盤技術開発(RISING II)事業ではこれまで開発してきた高度解析技術の深化及び利用促進を行うことで革新型蓄電池の開発を加速していく。

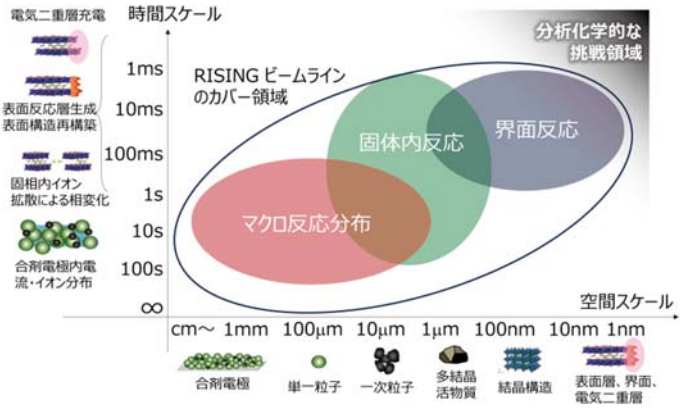


図1 蓄電池の分析に要求される時間・空間スケール

BL28XU では狭いギャップのチャンネルカット結晶を用いているため、X 線エネルギー変更に伴うビーム出射位置変化が非常に小さい。このような特徴を活かして、これまでに X 線回折(XRD)・X 線吸収分光(XAS)同視野・同時測定や X 線回折分光(XDS)測定、エネルギー走査型共焦点位置分解 XRD 測定など、世界に先駆け様々な手法を RISING プロジェクトに参画する企業群に提供してきた。XRD・XAS 同視野・同時その場測定では、蓄電池反応の理解に重要な Li 脱挿入に伴う正極材料の構造変化と構成する遷移金属の価数変化との関係を同時に測定・比較することで、相変態に伴う格子歪の電池ダイナミクスへの影響に対して重要な示唆を与えた。また、X 線粉末回折を基にした XDS 測定の開発により正極材料中でカチオンミキシングした同種元素のサイト分別化学状態分析が可能となり、現在では電極材料設計のための重要な分析手法となっている。また、エネルギー走査型共焦点位置分解 XRD では、空間分解能を 50 μm から 30 μm まで向上させることで、合材電極が高密度になるに従い Li 脱挿入反応に分布が生じることが明らかとなった。このことは実電池開発にとって重要な結果である。さらに、同手法を実際に車載用蓄電池に適用し、電池内部の反応分布を分析し、蓄電池の安全性向上のための技術に有益なフィードバックを行っている。これら以外にも BL28XU では、臨界角近傍入射による表面敏感 XAS 法による動作下の電極/電解液界面の化学状態分析や、高速時分割全散乱測定、硬 X 線光電子分光測定などの特徴的な分析手法だけでなく、従来型の透過 XAS 測定やキャピラリーXRD 測定が簡便に行える測定システムを提供している。これらの分析技術により、モデル電池のみならず、実際に電気自動車内で利用されているような大型蓄電池の分析が、様々な時間・空間スケールで行えるようになり、ブラックボックスと言われてきた蓄電池の中での反応を可視化できるようになりつつある。以上のように、本事業では BL28XU で開発した最新の分析手法を用いて大学や企業で開発中の最新の蓄電池や革新型電極材料の分析を行い、得られた結果を開発にフィードバックできるという強みを活かして、現状の蓄電池の性能向上と革新型蓄電池開発のさらなる加速を目指している。

P-056

レーザー電子光ビームライン BL33LEP, BL31LEP の現状と今後の展開

BL33LEP, BL31LEP 大阪大学核物理研究センター
冨田 夏希

BL33LEP(LEPS), BL31LEP(LEPS2)両ビームラインでは、GeV 領域のガンマ線を用いたユニークな実験を行っている。我々の研究対象はハドロンと呼ばれ、陽子や中性子のようにクォークが強い相互作用により結合した系の総称である。SPring-8 の放射光は 1 MeV 以下のエネルギー領域での利用が主だが、ハドロンの研究には GeV 領域のガンマ線が必要になる。BL33LEP, BL31LEP では SPring-8 の蓄積リングにレーザー光 (3.5 eV または 4.7 eV) を入射し、その逆コンプトン散乱により最大 3 GeV のガンマ線を生成し、ハドロンの光生成を行っている (図 1)。

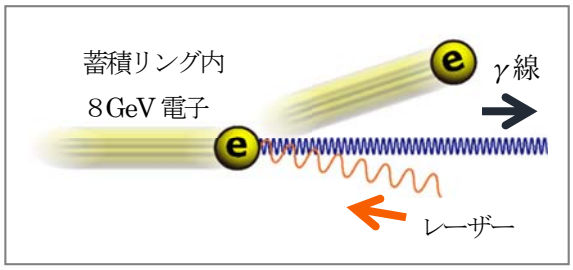


図 1　逆コンプトンガンマ線の生成

ハドロンは陽子や中性子のように 3 つのクォークからなるバリオンと、π中間子のようにクォークと反クォーク 1 つずつからなるメソンに分けられる。クォークは全部で 6 種類あるが、我々の身近な粒子である陽子や中性子は u クォークと d クォークのみからなる。LEPS、LEPS2 では u,d クォークよりも重い s クォークを含むハドロンの生成が可能であり、多彩なハドロンの性質を調べることができる。これまで LEPS (BL33LEP)では s クォークと反 s クォークからなる φ 中間子、u,d,s クォークからなる Λ(1405)粒子, Σ(1350)粒子の性質を調べる研究や、s クォークと反 u クォークからなる K-中間子と陽子の束縛状態に関する研究などを行ってきた。また、従来のメソンやバリオンの枠組みに入らない、5 つのクォークからなるとされる Θ+粒子(ペンタクォーク)が観測され、現在、以前よりバックグランドイベントを除去したデータの解析が行われている。

一方、LEPS では実験ハッチのスペースの制約のため、崩壊粒子を測定する検出器は前方角度領域のみに置かれ、測定できるのは小散乱角度の反応に限られていた。そこで我々は、大散乱角での測定を可能とする大型検出器の設置を目的とし、蓄積リング棟の外に専用の LEPS2 実験棟および LEPS2 ビームライン(BL31LEP)を建設した。LEPS2 ビームランは SPring-8 に 4 本しかない長尺ビームラインに設置され、電子ビームの発散角度が小さいため、レーザー光と電子の衝突点から 150 m 下流の LEPS2 実験棟でも RMS 7 mm 以下のサイズのビームが得られている。LEPS2 では 2014 年度より、高エネルギー分解能でのガンマ線の測定が可能な BGOegg カロリメーター(図 2)を用いた BGOegg 実験が本格稼働し、測定を続けている。BGOegg 実験では崩壊によりガンマ線を生ずる η 中間子や η' 中間子を高分解能で測定し、その生成メカニズムや、媒質中での性質を調べている。また、2016 年度には荷電粒子およびガンマ線の両方を高分解能かつ大立体角で測定可能な LEPS2 スペクトロメーター(図 3)を用いた LEPS2 実験が稼働し始める。

本発表では LEPS 実験、BGOegg 実験の現状と、稼働開始の迫る LEPS2 スペクトロメーター実験について報告する。

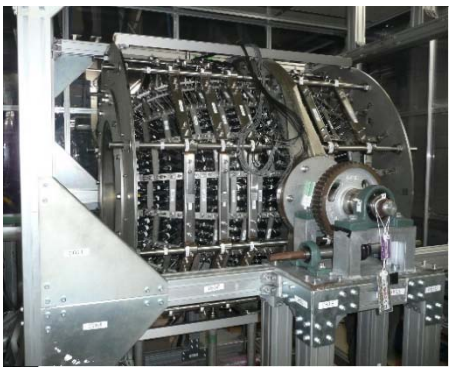


図 2　BGOegg カロリメーター

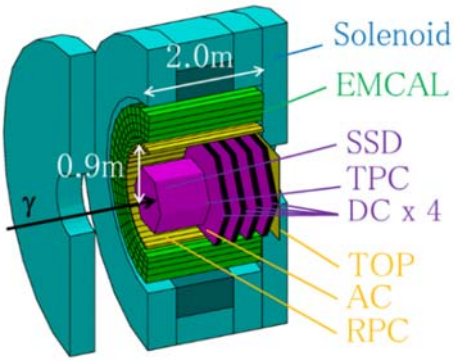


図 3　LEPS2 スペクトロメーター

P-057

豊田ビームライン（BL33XU）の現状

(株) 豊田中央研究所
堂前 和彦

豊田ビームライン（BL33XU）は高速X線吸収微細構造（XAFS）測定と3次元X線回折（3DXRD）顕微鏡の実現を主目的として建設され、2009 年の稼動から約6年が経過している。上記の2つの手法は光学系に求められる特性が大きく異なるため、それぞれに異なる分光結晶を配置した2つの光学系を有することが特徴である（図1）。第1の光学系は高速なエネルギー掃引を可能とするため、Si のチャネルカット結晶を用いた液体窒素冷却コンパクト分光器を開発し、第1ミラー（M1）から第4ミラー（M4）までの 4 枚の全反射ミラーを配置することで、縦・横両方向の可変ビームサイズでの高速 XAFS 測定を可能としている [1]。最速での XAFS 測定は 10 msec 毎で、ビームサイズは縦方向 0.1～数 mm、横方向 0.1～18 mm を実現している。また、XAFS 測定に必要なエネルギーバンド幅を確保するために、SPring-8 では初となるテーパー付アンジュレーターを導入した。第 2 の光学系は SPring-8 で標準的な液体窒素冷却2結晶分光器のみの構成で、高次光除去が必要な場合は M4, 5 を挿入する。第3実験ハッチには平均入射角 1.3 mrad(垂直方向)／1.2 mrad（水平方向）、長さ 400mm の KB ミラーを設置し、50keV の X 線で約 1 μm のマイクロビームを実現している。現在は、上記の測定手法に加えて、小角 X 線散乱（SAXS）、ゴニオメーターと独自に開発した回転スパイラルスリットを用いた微小部応力解析、マイクロビームを用いた XAFS, 回折測定および X 線 CT やラミノグラフィ等の多彩な測定手法が可能となっている。

ポスターでは 2015 年度の主な成果として、自動車排気用触媒の Operando XAFS 解析での新規手法である流れ方向解析 [2]、および、スパイラルスリットを用いた異種材接合部品の内部ひずみ分布計測 [3]の結果を報告する。

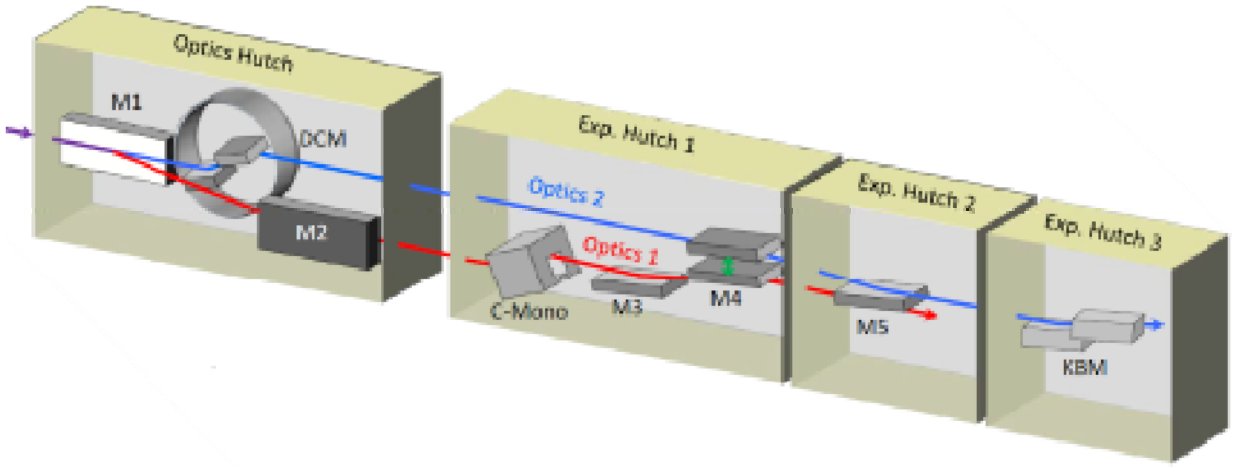


図 1. 豊田ビームラインの光学系構成

参考文献

1) T. Nonaka et al, Rev. Sci. Instrum. **83** (2012) 083112.
2) T. Tanabe et al, SPring-8 利用課題実験報告書 2015B7001.
3) D. Setoyama et al, SPring-8 利用課題実験報告書 2015B7012.

P-058

先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン BL36XU の現状

電通大燃料電池セ[A], JASRI[B], 分子研[C], 名大物質国際セ[D]

関澤央輝[A]、坂田智裕[A]、宇留賀朋哉[A B]、高木康多[C]、唯美津木[C,D]、横山利彦[C]、岩澤康裕[A]

BL36XU は、燃料電池の中で、特に固体高分子形燃料電池(PEFC)をターゲットとしており、高い時間・空間分解能をもつ専用 XAFS ビームラインと計測機器群を駆使して、燃料電池発電動作下における電極触媒のナノ構造変化、化学反応状態および劣化過程をリアルタイムおよび空間イメージングによりその場観察し、それらのメカニズムを解明することにより、次世代燃料電池電極触媒の高性能化および高耐久性を実現するために必要な基盤情報を提供することを目的としている [1-4]。本研究は、NEDO プログラム「固体高分子形燃料電池利用高度化技術開発／普及拡大化基盤技術開発／触媒・電解質・MEA内部現象の高度に連成した解析、セル評価／サブテーマ「MEA劣化機構解明」」に支援されている。この 1 年間の研究開発の状況 [5-8]を報告する。

斜入射配置燃料電池セルを利用し、20 ms 時間分解クイック XAFS 計測および、100 ms 時間分解クイック XAFS/XRD 同時計測により、実走行モード下での電極触媒作用の反応素過程の時定数の決定、ガス切り替えに伴う電極触媒劣化過程のメカニズムの解明 [5]を進めた。また、電極触媒膜に対する 2 次元走査型ナノ XAFS と STEM/EDS の同視野イメージング計測に成功した [6]。3 次元イメージング XAFS 計測に関しては、これまでに開発した in-situ ラミノグラフィ XAFS 計測法、in-situ 投影型 CT-XAFS 計測法、結像型 CT-XAFS 計測システム(図 1)に加え、100 nm 集光ビームを用いた走査型蛍光 CT-XAFS 計測システムを開発し、燃料電池作動条件下で希薄燃料電池触媒や微量コンタミ元素の 3 次元化学状態イメージングを進めている。また X 線発光分光計測システムの整備を行い、燃料電池発電下で高分解能 XANES 計測および、共鳴非弾性 X 線散乱計測を開始した。雰囲気制御型 HAXPES 測定については、大気圧下での燃料電池 in-situ XPS 測定を目指した開発を進めている。

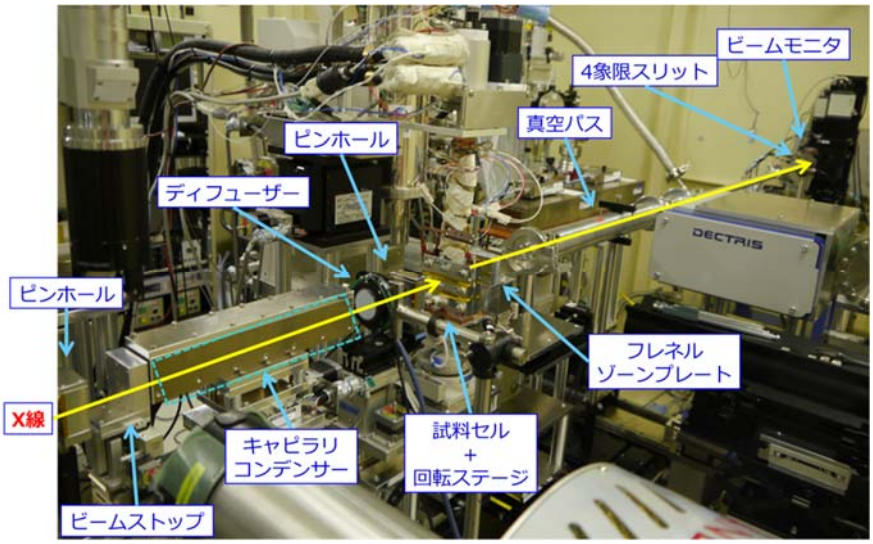


図 1 in-situ 結像型 CT 計測システム.

参考文献

1) 宇留賀朋哉, 唯美津木, 岩澤康裕, *SPring-8 利用者情報* **16**, 81 (2011).
2) 宇留賀朋哉, 関澤央輝, 唯美津木, 横山利彦, 岩澤康裕, *SPring-8 利用者情報* **18**, 14 (2013).
3) O. Sekizawa, T. Uruga, M. Tada, T. Yokoyama, Y. Iwasawa, *et al.*, *J. Phys. Conf. Ser.*, **430**, 012019 (2013).
4) O. Sekizawa, T. Uruga, M. Tada, T. Yokoyama, Y. Iwasawa, *et al.*, *J. Phys. Conf. Ser.*, **712**, 012142 (2016).
5) G. Samjeské, K. Higashi, S. Takao, O. Sekizawa, T. Uruga, Y. Iwasawa, *et al.*, *ChemElectroChem*, **2**, 1595 (2015).
6) S. Takao, O. Sekizawa, G. Samjeské, S. Nagamatsu, Y. Iwasawa *et al.*, *J. Phys. Chem. Lett.*, **6**, 2121 (2015).
7) S. Muratsugu, S. Kityakarn, F. Wang, O. Sekizawa, T. Uruga M. Tada, *et al.*, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **17**, 24791 (2015).
8) S. Nagamatsu, S. Takao, G. Samjeské, K. Nagasawa, O. Sekizawa, T. Uruga, Y. Iwasawa, *et al.*, *Surf. Sci.*, **648**, 100 (2016).

P-059

生体超分子複合体構造解析ビームライン BL44XU の現状

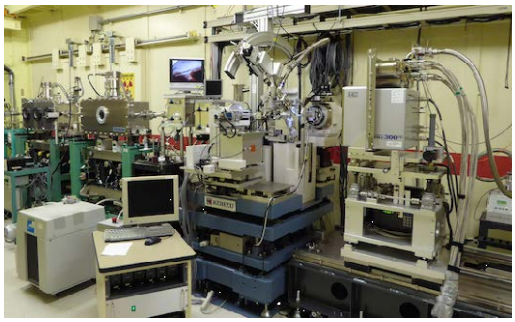
大阪大学・蛋白質研究所
山下栄樹、東浦彰史、中川敦史

生体内の高度に制御された反応には複数の蛋白質や核酸からなる超分子複合体が多様な機構で関与している．生体超分子複合体構造解析ビームライン（BL44XU）は，生体超分子複合体の立体構造をX線結晶構造解析法で決定し，生体内の組織化された機能を解明することを目的として，大阪大学蛋白質研究所が中心となって設置・運営している．本ビームラインは，学術振興会未来開拓事業，科学技術振興事業団（現　科学技術振興機構）および文部省（現　文部科学省）補正予算より援助を受けて，平成 1996 年度より建設を始め，1999 年秋から正式に利用を開始した．その後も，研究所予算，大阪大学総長裁量経費の他，補正予算，タンパク 3000 プロジェクト，ターゲットタンパク研究プログラム，創薬等支援技術基盤プラットフォームや JAXA との共同研究などの外部資金により，検出器や光学系，光学ベンチなどの高度化を進めてきた．

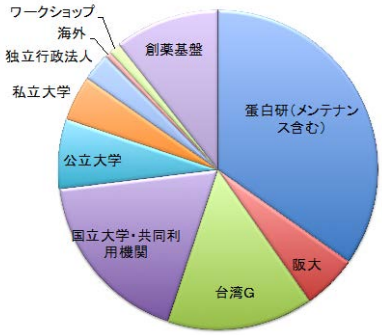
生体超分子複合体の結晶は，通常の蛋白質結晶に比べて結晶格子が大きく，回折強度が非常に弱い．本ビームラインは微弱な回折強度データを高精度に測定するために，高輝度・低発散角のアンジュレータ光を利用している．光学素子としては液体窒素で冷却された Si(111)結晶と水平，垂直方向それぞれの集光型 Rh コートミラーを用い，波長 0.9 Å におけるビームサイズ（FWHM）及び Photon Flux はそれぞれ 0.6mm(W)×0.5mm(H)，1.0×10^{13} photons/sec である．また，ミラーにより水平方向，垂直方向のビームサイズをそれぞれ 0.05mm まで集光できる．この時，0.05mm(W)×0.27mm(H) のスリット後の Photon Flux は 3.2×10^{12} photons/sec である．また、試料直前に設置されたピンホールにより結晶に適したビーム形の選択が可能である．微小結晶の回折強度測定を行うために偏心精度が 1 μm 以下の高精度高速ゴニオメータを使用し，微小結晶の観察用に同軸望遠鏡が利用できる．ゴニオメータには通常の ϕ軸に加えて垂直軸周りの自由度（ω軸）を持っている．検出器には $300\times300\mathrm{mm}^2$ の有効面積を持つ高感度 CCD 検出器（Rayonix MX300HE）が使用できる．結晶自動マウント装置 SPACE を大容量化し、8個の Uni-puck カセットを同時にセットできるようになり、12 時間以上の連続利用が可能となった。

蛋白質研究所は，共同利用・共同研究拠点として本ビームラインの利用に関して全国の研究者からの共同利用実験を受け入れる体制をとっており，年1回12月締切で課題募集をおこなっているほか，緊急課題を随時受け入れており，毎年 50 件以上の課題が有効となっている．また，台湾国立放射光科学研究センターとの研究協定に基づいたビームタイムの相互利用を進めている．

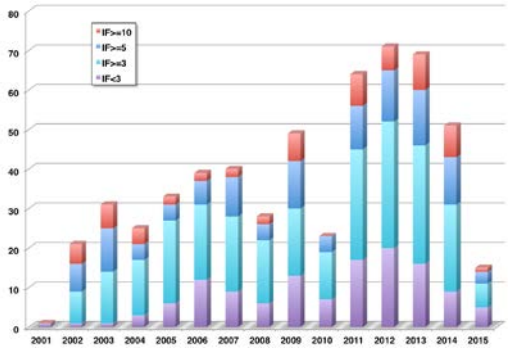
また，「創薬等支援技術基盤プラットフォーム」の解析領域分担として参画し，同プロジェクトに貢献している



生体超分子複合体構造解析ビームライン（BL44XU）



2015 年度ビームタイム配分実績



BL44XU を利用した論文数

P-060

兵庫県 BM ビームライン(BL08B2)の現状

(公大)兵庫県立大学 産学連携・研究推進機構 放射光ナノテクセンター
桑本滋生、李雷、漆原良昌、野瀬惣一、横山和司、松井純爾、篭島靖

兵庫県 BM ビームライン BL08B2 は、兵庫県が放射光の産業利用支援を目的として建設した 2 本目のビームラインである。2005 年 10 月の供用開始以来、X線吸収微細構造(XAFS)・X線トポグラフィ・イメージング/CT、粉末X線回折・小角X線散乱(SAXS)を測定手法の基本として利用提供し、さまざまな産業分野に活用されてきた。測定システムの高度化整備は絶えず取り組んでおり、ユーザーからの要望の多い測定機能や実験環境に対して開発・整備を行い、その性能検証を経て共用化を進めている。建設初期に、反応性ガス供給・排気装置を整備し、電池・触媒材料分野で必要となる気相・固相反応下での構造評価をいち早く可能とした。その後も高温加熱炉や、せん断流場下での測定を可能とするレオメータセル等のビームラインユーティリティーを充実させ、ユーザーニーズの高いその場観察測定を行える環境を整えた。また、最近では特殊条件下での測定だけでなく、多数の試料を連続的にルーチン測定する利用も増加している。これに対しては、サンプルチェンジャーを導入し試料交換を自動化することで測定の効率化を図っている。

さらに現在は、BL08B2 の XAFS 光学系・測定系を活かした複合分析システムとして、XAFS と他の測定手法との同時測定システムの整備・利用を進めている。具体的には、①XAFS の高位置分解能化を目的として二次元X線検出器を利用したイメージング XAFS 測定、②二次元半導体検出器を利用した高速粉末X線回折測定と XAFS との同時測定(XAFS/2D-XRD)、③極小角域におよぶ幅広いカメラ長を利用可能な SAXS 測定と XAFS との同時測定(XAFS/SAXS/WAXS)である。いずれの測定も Quick-XAFS との組み合わせによる動的観察が可能であり、既にユーザー利用を開始している。また、複数の手法を同時適用して得られるデータから材料構造を評価するための解析方法に関する検討にも取り組んでいる。このように産業界に新たな分析ツールを提供することで、兵庫県ビームラインの利用を促進すると共に、産業界のニーズから新たな複合的分析機能の開発にも取り組んでいる。

本シンポジウムでは、上記の XAFS 複合分析システムの他に、それぞれの測定手法の特徴・性能・高度化状況について現状報告する予定である。

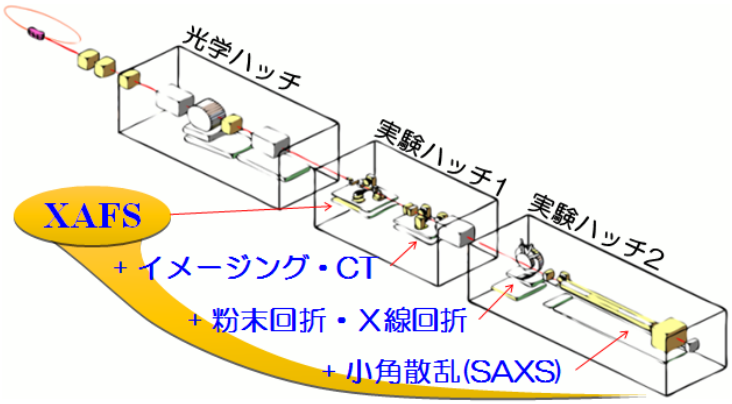


図 BL08B2ビームラインレイアウト

P-061

兵庫県 ID ビームライン（BL24XU）の現状

(公大)兵庫県立大学 産学連携・研究推進機構 放射光ナノテクセンター
横山和司、漆原良昌、桑本滋生、高山裕貴、津坂佳幸、篭島靖、松井純爾

兵庫県 ID ビームライン BL24XU は、硬 X 線アンジュレーター光源を有し、分岐分光器を利用した 2 本の A、B ブランチの同時利用が可能である。各ブランチはタンデムハッチ構成をしており、それぞれ上流側にハッチ A1、 ハッチ B2、下流側にハッチ A2、ハッチ B1 を持つ。ハッチ A2 の取出しはハッチ A1 後端より 7 m 離れ、大口径パイプで接続されている。ブランチ B 上流側のハッチ B2 は光学ハッチ仕様であり、アンジュレーター白色光の利用が可能である。ビームラインには大きく分けてブランチ A ステーション、XAFS ステーション、マイクロイメージングステーション、高平行度マイクロビームステーションを整備しており、高輝度光源を利用した高空間分解、高角度分解、高時間分解、高エネルギー分解に特化した特徴あるステーション群を配し、運用を行っている。以下に各ステーションにおける現状について報告する。

・ブランチ A ステーション

斜入射 X 線回折、Bonse-Hart 型 USAXS、マイクロビーム SAXS を整備しユーザー共用している。斜入射 X 線回折では、試料の表面・界面の結晶構造評価が可能である。回折計に加熱炉を搭載することで半導体試料等の反応過程の観察も可能である。Bonse-Hart 型USAXS では、通常SAXS 光学系では測定困難な数ミクロンから数十ナノメートルの周期構造を観察可能である。試料の経時変化の追跡も可能であり、現在約 90 秒の時分割測定を実現している。マイクロビーム SAXS では、屈折レンズを利用した集光光学系による ϕ6 μm のマイクロビームが利用可能である。SAXS カメラ長は 0.5～2m の範囲を選択でき、WAXS との同時測定も可能である。

・XAFS ステーション

XAFS ステーションでは、1～2 ミクロンサイズに整形した X 線ビームを利用し、微小領域の構造評価法を提供している。主には、第一遷移金属の化学状態を調べる目的である。応用分野はリチウムイオン二次電池、固体燃料電池、陶磁器釉薬の構造評価である。いずれも第一遷移金属を中心とした酸素の配位構造を探りたいとするニーズによる。さらに同一ステーション上で局所構造および結晶構造の両評価を実現する目的で、Pilatus 100K を利用した二次元粉末X 線回折機能も搭載している。今後、NewSUBARU における軟 X 線吸収分光法、スペクトルの理論計算法と併せて、統合構造評価ステーションのひとつとしての活用の可能性を探る。

・マイクロイメージングステーション

X 線集光ビーム、X 線顕微鏡を利用した、サブミクロン～ミクロンの空間分解能と高い時間分解能を有するイメージング装置の利用を展開している。マイクロビーム利用では、広角回折、蛍光X 線分析、小角散乱測定が可能となっている。また、トモグラフィにおいては、通常の投影 CT、ラミノグラフィ、大視野高空間分解結像 CT の利用が可能となっている。伝搬ベース位相回復計算を利用した位相コントラスト CT の応用も行っている、また、本学物質理学研究科 X 線光学講座による学術研究も展開しており、新規 X 線光学素子の開発評価、X 線イメージング技術の高度化が進められている。

・高平行度マイクロビームステーション

半導体結晶の微小領域高感度歪み計測を目的に、微小領域回折実験を行っている。ユーザーは、以下の3種のビームから選択して実験できる。光学系1はビームサイズ 0.8 μm × 1.7 μm、発散角 25 μrad、光学系 2 は 0.4 μm × 1.0 μm、発散角 50 μrad、光学系 3 は 35 μm × 35 μm、発散角 3.5 μrad である。焦点には θ-2θ回折計が設置され、ロッキングカーブ測定や逆格子空間マッピングが可能である。また、多波回折条件下での前方透過ビームを用いた X 線トポグラフ（明視野トポグラフ）も利用できる。検出器に CMOS カメラを用いるため、現像の必要がなく、高位置分解能の X 線トポグラフ像が取得できる。多波回折条件近傍では、回折ベクトルを容易に変更できるため、速やかなバーガースベクトルの決定が可能である。

P-062

理研・物理科学ビームラインⅢ BL17SU の現状と将来計画

理研・ビームライン基盤研究部[1]、*理研・量子状態可視化研究チーム*[2]
徳島 高[1]、田中良和[1]、木須孝幸[2]、大浦正樹[1]

BL17SU は可変偏光型挿入光源を擁する軟X線ビームラインで、切替方式のブランチAとブランチBから構成される。ブランチAには光電子分光実験装置、分光型光電子顕微鏡と高効率軟X線発光分光実験装置がタンデムで配置され、高分解能光電子分析器や光電子顕微鏡を用いた先端物質科学の研究、各種液体試料の電子状態観察のための軟X線発光分光実験等が行われている。一方、ブランチBには主要装置として軟X線回折実験装置があり、長周期秩序物質の電子状態直接観察等が行われている。また、新たなエンドステーションとして、大気圧下にある物質表面での化学反応を観察する軟X線顕微分光システムや、多元的な電子構造可視化を目指す、高立体角・高エネルギー分解能光電子分光ステーションの建設が昨年度より進められており、現在いずれもコミッショニング中である。

【軟X線発光分光】 近年の実験技術の進歩によって、これまで殆ど解明されていなかった液体中の分子の状態が次第に明らかになり、BL17SU における研究によって水の液体構造、水溶液中の溶質分子の状態、分子軌道の対称性、等々に関する新しい知見が得られている[1,2]。また、有機溶媒と水の 2 液混合系における最近の研究では、軟X線吸収の変化と水素結合状態の変化の関連も明らかになっている[3]。これら液体に関する研究を継続的に進めている他、固液界面でおきる不均一な現象を観察するため、軟X線発光分光を応用した軟X線顕微鏡の開発が進められている。固液界面における分子の状態とその空間的な分布は、盛んに研究されている固体清浄表面上の吸着分子とは異なり、殆ど明らかになっていないが、実際の不均一触媒、光触媒表面や電気化学反応を研究するうえで重要な系である。開発中の顕微鏡は、拡大率 20 倍のウォルターミラー、CCD 素子を検出器に用い、分解能 1μm 程度を達成できる設計となっている。

【軟X線回折】 近年、軟X線放射光を使った共鳴軟X線回折実験が最近盛んに行われるようになってきた。軟X線回折では、物性を左右する重要な役割を果たす 3d、4f 電子などの外殻電子の秩序(←硬X線共鳴回折では見ることが出来ない)を直接観測することができるのが大きな特徴で、超伝導磁石、極低温冷凍機、極小集光技術を導入し、海外との研究競争に打ち勝つため我々独自の軟X線回折装置を開発している。最近の成果としては、極低温冷凍機を用いて、通常のX線回折では見られないマルチフェロイックス $CuFeO_2$ 3d 軌道秩序を観測し、この物質の自発分極の原因を解明することに成功したこと[4]、円偏光軟X線の集光ビームを利用して $DyFe_3(BO_3)_4$ の四極子カイラルドメインイメージの観測を約 20 μm の空間分解能で行うことに世界で初めて成功したこと[5]、等が挙げられる。今年度より、空間分解能をサブミクロンのオーダーまで上げるため、集光光学系を新たに導入する準備が進められている。

【将来計画】 軟X線、硬X線を用いた光電子分光により角度・深さ・実空間分解による電子構造情報を時間分解も含めて一つのシステムで可能とし、機能性材料の電子構造を統合的に可視化するため新たな光電子分光ステーションの立ち上げを行っている。本システムは、電子エネルギー分析器として SCIENTA OMICRON 社の EW4000 を用い、軟 X 線領域から硬 X 線領域までの広いエネルギー範囲をカバーしつつ、60 度に及ぶ広い取込角と、十分に調整された電源及びレンズパラメーターにより非常に高い測定効率を持つ設計となっている。その高効率性は 25 meV のエネルギー分解能での動作を可能にする他、多元的な電子構造可視化を限られたマシンタイムの中で可能とする。本システムは、SPring-8/SACLA を最大活用するための versatile 光電子分光ステーションとして、今年度より試運転が開始されている。発表当日は、ビームラインの特徴、上記の2例を含めた利用実験の現状と将来計画について紹介する。

参考文献

1) T.Tokushima *et al.*, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. **177**, 192–205 (2010).
2) Y.Horikawa *et al.*, J. Mol. Liq. **189**, 9–12 (2014).
3) T.Tokushima *et al.*, Phys. Chem. Chem. Phys. **16**, 10753–10761 (2014).
4) Y.Tanaka *et al.*, Phys. Rev. Lett. **109**, 127205 (2012).
5) T.Usui *et al.*, Nat. Mater. **13**, 611–618 (2014).

P-063

理研物理科学ビームラインⅡ BL19LXU の現状と将来計画

理研・ビームライン基盤研究部
玉作 賢治、大浦 正樹

BL19LXUは2000年に次世代放射光施設での強力なX線利用研究に向けたR&Dのために、理化学研究所の専用ビームラインとして建設された。このためにアンジュレータは27 mという異例の長さを持ち、試料位置で10^{14} photons/secを超える強力な単色ビームが使える。また、様々なセットアップに対応できるように実験ハッチ1と3には常設の装置は置かず、代わりに汎用の定盤を用意してある。このような特徴を活かして、これまで、X線強度相関測定、フェムト秒の同期レーザーを用いたX線時分割測定、硬X線光電子分光、X線非線形光学実験、構造物性実験、素粒子実験、核共鳴実験など様々な研究が世界に先駆けて行われてきた。

これらの研究は、BL19LXUの強力なX線だけでなく、2000年代に飛躍的に発展したX線光学素子・技術にも支えられている。例えば、X線集光ミラー、同期レーザー、X線チョッパー、高分解能分光器、偏光素子などである。このような機器は、ビームライン建設当時には考慮されなかったので、光学ハッチに収めることはできず、一部は実験ごとにハッチ内に搬入してその都度調整して利用している。この負担がBL19LXUでの実験を非効率なものにしている。また、要望が増えてきている時分割測定や高光子エネルギー分解能測定では、少しでも強いX線が必要である。空気による吸収を減らすために、各種装置の真空対応化が必要になる。

今後もBL19LXUにて最先端の研究を円滑に推進していくために、より付加価値の高いX線をユーザーの負担なしに安定して供する必要がある。このために、2014～15年度に以下に述べる整備を行った。

・実験ハッチ3にKBミラーシステムの設置。
・実験ハッチ2から3に同期レーザー専用トランスポートの設置。
・真空排気セットを各ハッチの天井に常設。
・ダイヤモンド薄膜を用いた真空スクリーンモニタ・強度モニタの開発。
・真空対応の簡易型偏光解析装置の開発。

今年度は老朽化した精密空調と自動扉の更新、新しい分光結晶の整備を計画している。

発表では、ビームラインの現状および今後の整備計画とともに、BL19LXUで得られた最近の研究成果も紹介する。

P-064

理研構造ゲノムビームライン I&II

理研・ビームライン基盤研究部・生命系放射光利用システム開発ユニット
上野剛、引間孝明、平田邦生、河野能顕、山下恵太郎、吾郷日出夫、山本雅貴

理研構造ゲノムビームラインⅠ&Ⅱ(BL26B1 & BL26B2)では大量の結晶試料のスクリーニングおよび回折データ収集の効率化のため、自動サンプルチェンジャーSPACE[1)]およびビームラインと実験ステーション装置を一括制御するソフトウェアBSS[2)]の開発により、X線の波長変更から検出器の設定、回折データ収集まで一貫した自動化を実現している。ユーザは遠隔地から上記システムおよび Web インターフェースを備えた試料情報データベース D-Cha[3)]によるメールイン・データ収集を利用できる。さらに研究室からインターネットを介してユーザによる結晶センタリングや結晶交換等の操作を可能とする、遠隔実験システム[4)]を開発し運用を開始している。

現在創薬等支援技術基盤プラットフォームの支援・高度化ビームラインとして、利用支援の拡大や微小結晶を含む試料スクリーニングのさらなる効率化を目指した高度化を進めている。2012 年度より順次高精度エアベアリングゴニオメータの導入や、試料観察用同軸カメラの更新を行った。また自動サンプルチェンジャーSPACEについてはBL26B1において大容量試料ストレージの開発および試験運用を行い、2015 年度から BL26B2 を含めた計 4 ビームラインでユーザ利用を開始した。これにより、Uni-Puck の場合最大 128 個の凍結結晶を設置可能となった。また SPACE はアタッチメントの交換により、従来より実施している専用ネジ式ピンを利用した、ビームラインオペレータの介助による自動データ収集への対応が可能であり(最大試料数306個)、ユーザの希望に応じて随時モードを切替えて運用している。その他、結晶試料凍結条件の探索や常温回折データ収集に向けたオンライン試料調湿装置[5)]の導入や、現有の顕微可視分光装置に代わり紫外吸収、ラマン分光測定への対応も可能となる新規オンライン分光装置の開発を進め、新規実験手法の提供によるユーザ支援と利用の拡大を図っている。また高速検出器導入によるシャッターレスラスタースキャン、データ収集システムの構築や制御システムの継続的な高度化を進めるとともに、遠隔実験において膨大な回折データの転送を不要とする、自動データ処理パイプラインの開発を行っている。

参考文献

1) Murakami, H., *et al.*, (2012). *J. Appl. Cryst.* **45**, 234–238.
2) Ueno, G., *et al.*, (2006). *J. Struct. Funct. Genomics.* **7**, 15–22.
3) Okazaki, N., *et al.*, (2008). *J. Synchrotron Rad.* **15**, 288–291.
4) Furukawa, Y., *et al.*, (2009). *Proceedings of ICALEPCS2009*, 615–617.
5) Baba, S., *et al.*, (2013), *Acta Cryst.* **D69**, 1839–1849.

P-065

理研物理科学ビームライン BL29XUL の現状

理研・基盤研究部・放射光イメージング利用システム開発ユニット
香村芳樹

理研物理科学ビームライン BL29XUL は、4.5m 長のアンジュレーターを光源とし、長さ 1 km のビームラインを持ちます。液体窒素冷却二結晶分光器を経て試料位置に到達したX線強度は 10keV で 6×10^{13}photons/s 程度です。主としてX線回折顕微鏡、X線極限集光、医学利用などを研究対象とした走査型 X 線顕微鏡、X 線光学の基礎実験が行われています。また、X線自由電子レーザー利用推進研究の機器の較正実験が進められています。

近年、BL29XULでは、最先端コヒーレントX線イメージング実験の分野で多くの成果が出ています。幾つか解説します。①大阪大学山内研高橋グループが、ptychography法(複数の回折像を用いたX線回折顕微鏡法)で成果を達成しました。ビームの強度分布にモード分析の手法を適用して、コヒーレンスを下げた条件下で、十分な信頼度で物体の像を再生できることを見出しました。この結果、より明るい光を利用した実験が可能となり、この分野を大きく推進できそうです[1]。②大阪大学山内研松山グループが、放物面鏡と双曲面鏡の対を、二軸(水平方向、垂直方向)に組み、集光サイズが可変な光学系システムを実現しました。集光点の位置は変えずに、集光サイズを110nm ×170nmから560nm ×1400nmなどに変更させることに成功しました[2]。全反射鏡を使った上記集光システムは、色収差がないという優れた特徴を持ちます。物体のサイズや、走査型イメージング、回折顕微鏡など、観察手法を使い分けるためにも利用でき、今後、有用な技術になると期待されます。③POSTEC大学のグループが、高速CT装置を高度化し、リアルタイムでマウスの肺の三次元観察を行う事に成功しました。肺の中の場所ごとに、肺胞の大きさや形状の分布を測定することに成功しました[3]。この結果は、将来の急性呼吸窮迫症候群(acute respiratory distress syndrome, ARDS)患者の診断や治療に役立つと期待されます。

さらに先端的な研究を可能にすべく、BL29XU の高度化が着実に進められています。輸送チャンネルセクション・XYスリットには、交差型タンタルブレードが設置されており、幅は変更可能で、幅ゼロ近くにもセット可能となっています。このスリットを仮想光源として用いると、下流の実験ステーションで大きな可干渉領域を利用できます。ただし、高次高調波除去ミラーを利用する際、光軸高さが 12mm 上がるため、スリットの Z ステージが上のリミット付近に達し、座標値が徐々にドリフトして使いにくいという問題を抱えていました。そこで、2015 年度に、スリットチェンバーの下に手動の Newport 社製高荷重ラボジャッキを入れ、粗動軸と微動軸を分けることでリミットの問題を解決しました。2016 年度に、このラボジャッキを電動ステージに入れ替える予定です。その他、結晶分光器の結晶振動を低減するため、結晶振動を計測する加速度センサーを取り付け、信号を取り出す改造を行いました。RF のタイミング信号は実験ハッチ 1、2 では利用可能でしたが、約 40m 下流の実験ハッチ 3 で利用するため、光信号に変換、光ファイバーを敷設し、光信号から電気信号に復元するシステムを構築しました。さらに、液体窒素循環装置のコンプレッサーを全てほぼ新品に交換する改造など、様々な高度化が進められました。シンポジウムでは、BL29XUL の現状についてご報告します。

参考文献

1) Burdet N., et al..: Applied Physics Letters, **108**, 071103 (2016).
2) Matsuyama S., et al.: Scientific Reports, **6**, 24801 (2016).
3) Chang S., Je J. H., et al., Scientific Reports, **5,** 8760 (2015)

P-066

理研ターゲットタンパクビームライン BL32XU の現状

理化学研究所 放射光科学総合研究センター ビームライン基盤研究部 生命系放射光利用システム開発ユニット

平田邦生、河野能顕、山下恵太郎、上野剛、長谷川和也、熊坂崇、山本雅貴

理研ターゲットタンパクビームライン BL32XU は SPring-8 ハイブリッドアンジュレータ光源、大阪大学で開発された EEM（Elastic Emission Machining）ミラーを用いて 1 μm から 10 μm 角の高フラックス微小ビームが利用できるタンパク質結晶構造解析専用ビームラインです。

本ビームラインは 10 μm 以下のタンパク質結晶からでも高精度回折データを収集できることを設計コンセプトとしており、現在も開発・高度化を継続しています。開発当初（2009 年）1 μm 角あたり 6 × 10^{10} 光子/秒であったフラックスは現在 2 × 10^{12} 光子/秒で利用でき、X 線の性能は世界トップクラスです。

高フラックス微小ビームの利用は微小結晶を用いたタンパク質の構造決定に非常に有効でしたが、その性能を最大限に活用するためにはタンパク質結晶の放射線損傷を低減すること、視認困難な微小結晶を迅速に X 線光軸上にアラインメントするなど測定上の問題を解決しなければいけませんでした。我々はまず試料ホルダの高速 X 線二次元走査を実現し、さらに走査結果の回折イメージから結晶位置決定、放射線損傷を低減した測定条件でデータ収集、得られた多数の回折イメージを積分・マージするパイプラインを開発し、膜タンパク質の迅速高分解能構造解析が可能であることを実証しました。このパイプラインに自動ループセンタリング機能を追加してつなぎ合わせることで回折データ収集の全工程を自動的に行うトータルシステム Zoo を開発しました。

Zoo システムを用いることにより実現された高難度試料の高分解能構造解析の現状と今後の展開について発表する予定です。

P-067

BL43LXU: Next Generation Beamline for Inelastic X-Ray Scattering

RIKEN SPring-8 Center

A. Q. R. Baron

Beamline 43LXU takes advantage of SPring-8's strengths (8 GeV energy, flexible electron lattice, long straight sections, small-gap in-vacuum insertion devices, long experience with high-heat-load and high-performance beamline components and sophisticated optics) **to create a uniquely powerful instrument for non-resonant inelastic x-ray scattering**. The goal of this beamline is meV-resolution access to both electronic and atomic dynamics (the complete electronic S(**Q**,ω)) and correlations there-of on over atomic length scales. It has two spectrometers, one high-resolution spectrometer with resolution between 0.75 meV and 6 meV and a medium resolution spectrometer for resolution between 10 and 50 meV with large-solid-angle analyzers. See the figure below, and [1][2].

Notable points of recent progress include (1) substantial improvement in stability both in electron beam steering [3] and the stability of M1, (2) installation of a micro-focus setup using compound focusing (a bent cylindrical mirror followed by a prism lens in the horizontal and an elliptical mirror in the vertical) giving a spot size of 12x15 μm^2 (first setup) to 16x17 μm^2 (second setup) [4] allowing experiments on samples above 200 GPa pressure and (3) improved monochromator performance for the medium resolution spectrometer with 2.3 GHz in a 22 meV bandwidth at 15.8 keV [5] and (4) and delivery of the first analyzer medium-resolution analyzer with uniform and near theoretical performance.

[1] "Status of the RIKEN Quantum NanoDynamics Beamline (BL43LXU)" A.Q.R. Baron, SPring-8 Information Newsletter, **15** (2010) 14. http://user.spring8.or.jp/sp8info/?p=3138. [2] "Introduction to High-Resolution Inelastic X-ray Scattering", A.Q.R. Baron, arXiv 1504.01098. [3] Baron *et al,* Accepted. [4] Fukui, Ishikawa, Baron et al., work in progress, [5] Ishikawa, Baron, et al, work in progress.

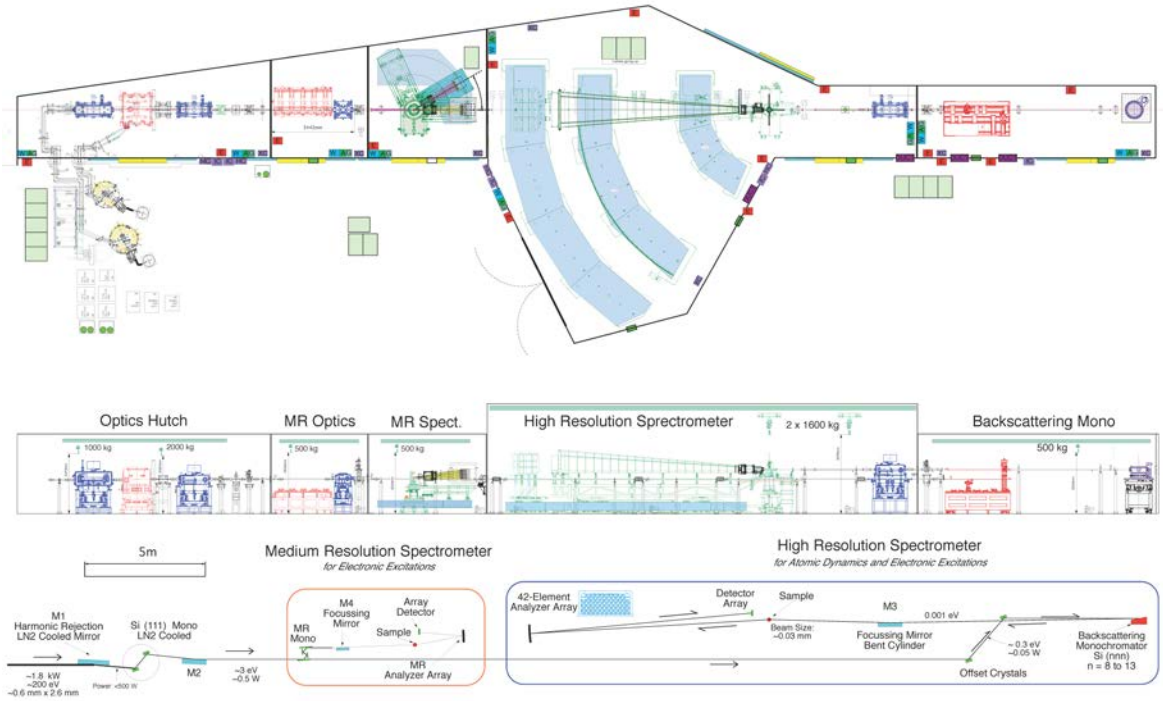


Figure: Layout of the RIKEN Quantum NanoDynamics Beamline, BL43LXU

P-068

理研・物質科学ビームライン BL44B2 の現状

理化学研究所　放射光科学総合研究センター

加藤 健一

BL44B2 は粉末回折法による結晶構造解析をベースにした物質科学ビームラインである。海外放射光施設の粉末回折ビームラインを見渡すと、大きく分けて二極化しているように見受けられる。一つは医薬品等のスクリーニングを目的としたハイスループット化であり、もう一つは単結晶が得られない試料の構造決定を目的とした高角度分解能化である。SPring-8 の粉末回折は、そのどちらの方向性とも異なった道を歩んできた。具体的には、化学結合性を議論できるような高い統計精度のデータをシングルショットで測定することに主眼を置いてきた。100 万カウントを超える回折データが数分でサブ mg の粉末試料から得られることから、国内だけでなく海外の結晶学を専門としない物質科学ユーザーをも取り込み、一定の成果をおさめてきた。[1,2] しかし、現状を鑑みるに、海外の回折散乱ビームラインに対して優位に立っているとは言いがたい状況である。

APS では、Bragg 散乱と散漫散乱を取り入れた全散乱実験に 10 年ほど前から本格的に取り組み始め、通常の構造解析では得られない平均構造からのずれを可視化するツールとしてナノ構造体や金属有機構造体などに応用されている。これには、通常の構造解析よりも広い Q レンジ（> 20 $Å^{-1}$）が必要とされるため、60～90 keV の高エネルギーとその領域で高い量子効率をもつ大面積フラットパネル検出器による計測技術の開発（RA-PDF）、さらに Billinge グループによる解析プラットフォームの開発が両輪となって現在の状況に至っている。最近では、NSLS-II や Diamond でも粉末回折 BL とは別に、PDF 専用のビームラインが立ち上がり、周期構造の有無を問わず幅広い材料のナノスケール構造解析ができる環境が整いつつある。

通常、必要十分な PDF の実空間分解能を確保するためには全散乱データのプロファイル分解能を犠牲にせざるを得ないが、BL44B2 では、両者を両立させる計測技術の開発を行っている。（図 1）これにより、局所構造を含めた三次元マルチスケール構造モデリングが可能になると見込んでいる。ポスターでは、その現状と応用例について発表する。

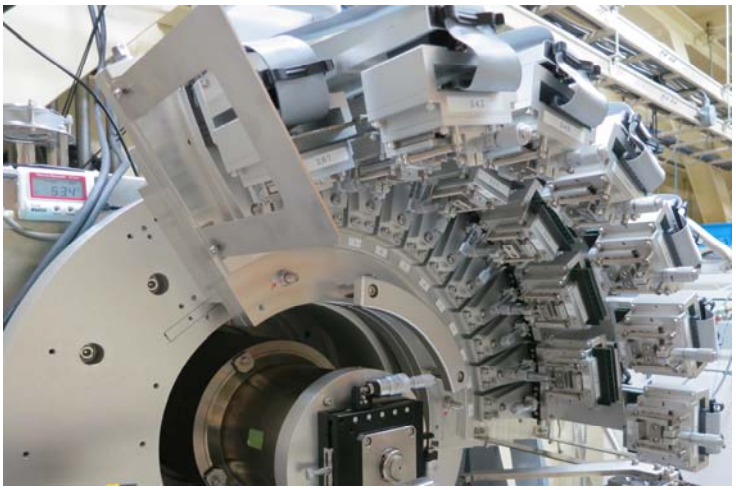


図 1　2θ~120°をシングルショットでカバーする MYTHEN12K

[1] K. Kato and H. Tanaka, *Advances in Physics: X* **1**, 55-80 (2016).
[2] K. Kato et al., *Chem. Asian J.* **11**, 1537-1541 (2016).

P-069

理研構造生物学ビームラインⅠ(BL45XU)

理研・ビームライン基盤研究部・生命系放射光利用システム開発ユニット
引間孝明、吾郷日出夫、河野能顕、上野剛、平田邦生、山下恵太郎、山本雅貴

理研構造生物学ビームラインⅠ(BL45XU)は垂直偏光アンジュレータ2基を光源として、ダイヤモンド結晶にて分岐・分光されたX線を2つの実験ステーションで同時に利用できるブランチビームラインです。1997年よりユーザー運転を行っており、高度化を進めつつ現在は2つの実験ステーションをそれぞれX線小角散乱(SAXS)用とX線中広角散乱(SWAXS)用として運用しています。

SAXSステーションでは、溶液散乱測定によるタンパク質複合体の低分解能構造解析、試料位置で 2×10^{12} photons/secの高フラックスビームを活かしたストップトフロー装置等での時分割構造解析や、X線繊維回折測定など構造生物学研究のほか、X線小角・広角同時測定やGI-SAXSによる表面構造解析や、FZPを用いたマイクロビーム測定による局所構造解析、サンプルチェンジャーを用いたハイスループット測定といった材料科学研究など、構造機能相関・構造物性などナノスケールでの研究を行っています。検出器はPILATUS3X 2Mをメイン検出器として最大500Hzで広い角度範囲での高精度な散乱・回折測定が可能であり、広角同時測定用にサンプル直下流にフラットパネルセンサーの設置や、従来の6インチX線イメージインテンシファイアー検出器の利用も可能です。今年度はPILATUS3X 2Mの大面積を有効活用するために、サンプルと検出器間の真空パスを大口径化しました。カメラ長を変更することによりタンパク質溶液散乱測定では0.004 $Å^{-1}$から2.5 $Å^{-1}$の広いqレンジのデータを数秒の露光時間で得ることができます。また、分光器冷却系や実験ステーション内空調の安定化等を進め測定データの高精度化も進めています。試料周りでは、真空封入型のキャピラリーフローセルを開発し、ゲルろ過カラム等を用いたFPLCからの溶出液を直接測定できるオンラインFPLCシステム(図1)を新たに開発導入しました。オンラインFPLCシステムによりこれまで安定性が低く測定困難だったタンパク質やその複合体試料の溶液散乱測定が容易に測定可能となり、タンパク質の溶液中の構造解析にいっそうの躍進が期待できます。この真空封入型キャピラリーフローセルでは最低20 μLからの解析も可能となりました。本システムでは測定と同時に自動で吸光度測定とギニエ解析を行なえるGUIプログラムDataProcess(図2)も新規に開発し、タンパク質溶液散乱でのユーザーフレンドリーな実験環境の構築も進めています。さらに、自動溶液サンプルローダーを導入することによって、タンパク質溶液散乱実験における高精度ハイスループット測定の環境整備を進めています。

SAXS実験ステーションのビームタイムは、理研プロジェクト利用の他、SPring-8の共同利用と、創薬等支援技術基盤プラットフォームでの利用支援に供出しています。

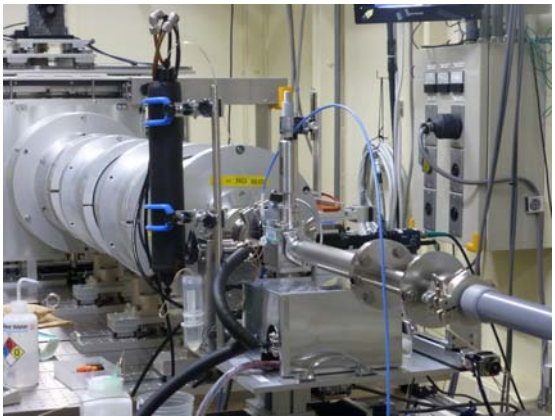


図1. オンラインFPLCシステム

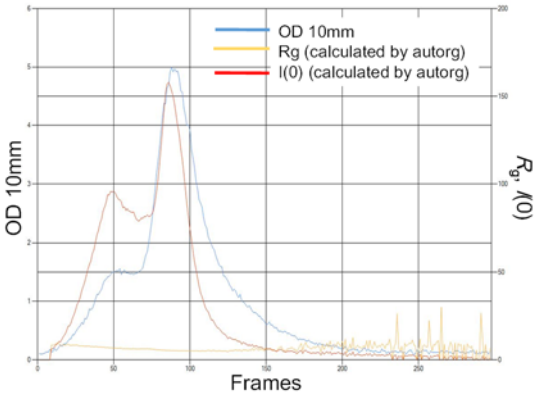


図2. オンタイム吸光度・ギニエ解析プログラム

P-070

SPring-8-Ⅱ 計画　光源開発現状報告

回折限界光源設計検討グループ、理研放射光科学総合研究センター
田中均
高輝度光科学研究センター／理研放射光科学総合研究センター
後藤俊治、渡部貴宏
アップグレードプロジェクトを代表して

2020 年代初旬を目処に SPring-8 のメジャーアップグレードを目指す SPring-8-Ⅱ 計画は、(i) 高コヒーレンス、(ii) SACLA とのインテグレーション、(iii) 高効率をその基本目標とし、実現可能性、ならびにアップグレード後の信頼性、安定性を十分に考慮した上で光源案の策定、開発が進められている [1-2]。

(i) 高コヒーレンスは、蓄積リングを周回する電子ビームの質「エミッタンス」を向上する（小さくする）ことで実現される。このエミッタンスは、加速器を構成する磁石配列（ラティス）と電子エネルギーを決めると一意に決まり、理論的には際限なく小さくすることが出来るが、周長やカバーすべき X 線のスペクトル領域といった計画固有の境界条件に加え、実現可能性、信頼性、安定性をどのように考慮するかが計画策定の鍵となる。SPring-8 では、実現可能性、信頼性、安定性を重視した上で、現在の蓄積リングにおける実効エミッタンス 2.8nm・rad を SPring-8-Ⅱによって 100pm・rad 程度（運転時）まで低減する方針を掲げ、ラティスからハードウェアに至るトータルな詳細設計を進めている。

(ii) SPring-8 サイト内には、X 線自由電子レーザーSACLA が既に存在するため、これを最大限に利用する。次世代光源では、蓄積リングが極低エミッタンスになるのに伴いアクセプタンスが狭小化するため、蓄積リングにどのように電子ビームを入射するかが世界的な主要開発課題の１つとなっている。SPring-8-Ⅱでは、SACLA の線型加速器で極低エミッタンスビームを生成出来る利点を生かし、これを入射器にも利用することで安定なビーム入射を実現し、且つサイト全体として高効率な（消費電力が少なくインフラを有効に活用した）加速器複合体としての最適化を行う。利用の観点からは、短パルス・高ピーク輝度等が特長の SACLA と、繰り返し数・平均輝度等が長所となるリング型光源を相乗的に活用する指針を明確にすることで、全体としてのアウトプットを最大化するような SPring-8-Ⅱの仕様策定を行っている。

(iii) 電子エネルギーを 8GeV から 6GeV に下げることでエミッタンスを低減し、且つ消費電力を大幅に削減する。この背景の１つには挿入光源の進展があり、電子エネルギーを下げてもこれまでと概ね同様のスペクトル領域をカバーした光の生成が可能となっている [3]。更に、電力消費の大きい偏向電磁石を独自開発した永久磁石システムに置換することで消費電力の削減を行う [4]。これにより、冷却系のコストも必然的に下がり、且つ電源に起因するトラブルも抑制出来るといった副次的効果が期待される。

現在、ラティス設計/ビームダイナミクス解析、各種ハードウェア開発（真空、磁石、RF、モニタ、ID）といった多岐にわたる項目それぞれを追求するプロセスと、全体を俯瞰し、計画全体としてのバランスを図るプロセスが併行して進められ、適宜フィードバックを掛けながらタイムスケジュールに合致した開発が進められている。今回のシンポジウムでは、口頭発表「SPring-8-Ⅱ の加速器開発戦略」（発表者：田中均）にて計画全体の概略、および他の光源開発計画との関係を紹介し、本ポスター発表では、具体的な光源計画の内容と、現在進められている開発の進捗を示す。挿入光源（アンジュレータ）の開発については、ポスター発表「SPring-8-Ⅱ に向けた挿入光源開発の現状」（発表者：金城良太）により、現状報告を行う。

参考文献

1) H. Tanaka, in this proceedings.
2) H. Tanaka et al., *Proc. of IPAC2016*, Busan, Korea (2016) pp. 2867-2870.
3) R. Kinjo et al., in this proceedings.
4) T. Watanabe et al., *Proc. of IPAC2016*, Busan, Korea (2016) pp. 1093-1095.

P-071

SPring-8-II に向けた挿入光源開発の現状

理研放射光センター
金城良太、長谷川照晃、貴田祐一郎、田中隆次
高輝度光科学研究センター
備前輝彦、清家隆光、鏡畑暁裕、久間正之、岸本輝、大橋治彦
高エネルギー加速器研究機構　放射光科学研究施設
山本樹

2020 年代初頭に予定されている SPring-8 のメジャーアップグレード計画では、エミッタンスを 140 pm rad 程度まで下げることを目的として、電子ビームのエネルギーを 8 GeV から 6 GeV に下げるとともに、より多くの偏向磁石を導入し直線部の長さが短くなる。現在の SPring-8 に導入されている挿入光源は、新しい SPring-8 に適しておらず、新しいリングに最適化された挿入光源に置き換えるか、最悪の場合にも新しい直線部に合うように短くする必要がある。本発表では、SPring-8-II に向けた挿入光源における各種の研究開発について報告する。

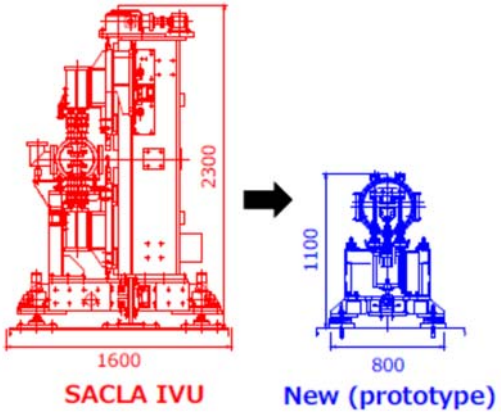


図 1.　多極着磁ブロックによる吸引力相殺機構を前提とする軽量コンパクトな新型真空封止アンジュレータ

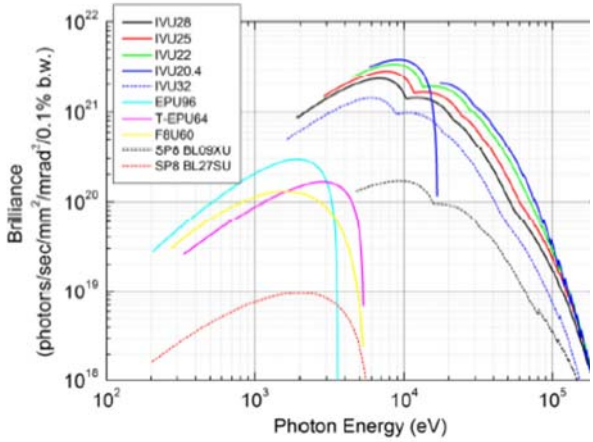


図 2.　既存の BL09XU、BL27SU とアップグレード後の各種新型アンジュレータにおける輝度

標準型となる真空封止アンジュレータにおいては、標準の磁石周期長を 32 mm から 22 mm へ変更し、多極着磁ブロック[1]を用いた組立が容易かつ真空中でのガス放出の少ない吸引力相殺機構[2]を備えた、コスト・製造期間・収納部内への設置の面で優れた軽量・コンパクトな新型真空封止アンジュレータ（図 1）を採用する。期待される輝度を図 2 に示す。また、予算の問題ですぐには最適なものに置き換えられない個別ビームラインについては、既存のアンジュレータを収納部内で切断して対応する。

加えて、新たなコンセプトの光源についても検討を行っている。第一に、円偏向と直線偏光を自在に切り替えることが可能で、さらにどちらの場合でも高調波が軸上に発生せず光学系への熱負荷の少ない Helical-8 アンジュレータ[3]がある。第二に、本質的に吸引力を持たずアンジュレータの機械的構造を劇的に単純化できる Phase Combined Undulator [4]がある。第三に、現在のキッカーシステムに代わる電子ビームへの揺動の小さい高速円偏光切り替え手法として、ヘリカルアンジュレータとフェーズシフターを組み合わせてスペクトルを操作しモノクロメータ切り出し後に左右どちらかの偏光のみが得られる Fast Helicity Switching by Spectrum Splitting [5]がある。

参考文献

1)　S. Yamamoto, J. Phys. Conf. Ser. 425 (2013) 032014
2)　R. Kinjo. T. Bizen and T. Tanaka, Synchrotron Radiation News 15, 45 (2015)
3)　T. Tanaka and H. Kitamura, Nucl. Instrum. Meth. A 659, 537 (2011)
4)　R. Kinjo and T. Tanaka, Phys. Rev. ST-AB 17, 060702 (2014)
5)　R. Kinjo and T. Tanaka, J. Synchrotron Rad. 23, 751 (2016)

P-072

硬 X 線集光のための高性能部分回転楕円面ミラーの開発

公益財団法人高輝度光科学研究センター 光源・光学系部門 光学系グループ
湯本博勝　小山貴久　大橋治彦

■はじめに

顕微分析や非線形光学研究に求められる微小・高密度集光 X 線実現のため，SPring-8 や SACLA では2枚の楕円筒面ミラーを交差配置（Kirkpatrick-Baez (K-B)配置）する集光光学系が整備され，多くのビームラインで数十 nm から数 μm サイズのビームが供用されている([1], [2]等)．2枚の楕円筒面ミラーで1点に集光させるためには，各ミラーの 6 軸自由度から 1 枚のミラーの X 線光軸周りの回転自由度1軸を除く合計 11 軸の調整が必要である．調整の煩雑さ，調整機構のサイズや安定性が課題となるほか，上流に設置したミラーは下流ミラーと比べ集光点までの距離が遠く，縮小率に制約が課せられる．

1枚のミラーで2次元集光可能である部分回転楕円面ミラー（図 1）は，より高効率な集光光学系を構成可能であり，アラインメント装置の簡素化や，集光ビームの位置・サイズ安定性が期待できるなど，X 線顕微分析に用いる際に K-B 配置集光ミラーと比較して多くの利点がある．しかしながら，ナノ集光可能な部分回転楕円面ミラーは，2次元的に急峻な非球面形状を持つことによる作製上の問題のため，現状では実用に至っていない．

■研究成果

我々は，ミラー作製上の課題を克服し，ナノ集光を可能とする部分回転楕円面ミラーを実現するため，ミラー表面の高精度加工システム[3]や高精度形状計測システム[4]を SPring-8 において新たに構築した．硬 X 線ナノ集光用ミラーには 1 nm (Root-Mean-Square (RMS))の表面形状精度が要求され，高精度スティッチング干渉法に基づく形状計測装置により本精度を満足する計測再現性を達成した．また，開発した特殊研磨加工法に基づく非球面加工装置において，所望のサブナノメートル高さ分解能と 100 μm 以下の横空間分解能を有する高分解能数値制御形状修正加工が可能となった．これらの超精密ミラー作製システムを用いて部分回転楕円面ミラーを作製することで，計測置き直し再現性と同等の 1 nm (RMS)の表面形状精度を達成した．作製した部分回転楕円面ミラーについて集光性能を評価した結果（図 2），7 keV の X 線において 85 nm × 125 nm (半値幅)の 2 次元集光ビームを実現した．本集光ビームを走査型 X 線顕微鏡に適用し，100 nmを十分に下回るラインアンドスペースの分解能テストパタンを観察することで，部分回転楕円面ミラーによる2次元集光ビームが，非点収差無く同一焦点面内で実現できていることを確認した[5]．今後，ミラー作製技術のさらなる高精度化により集光サイズの微小化と，利用研究に適した実験配置を考慮し光学系の最適化を進める計画である．

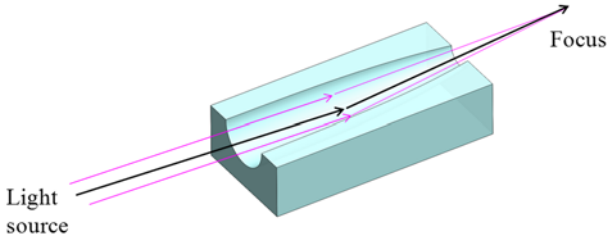


図1．部分回転楕円面ミラー

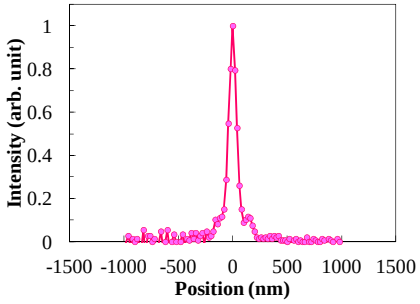


図 2．測定された集光プロファイル

参考文献

1) H. Yumoto *et al. Nature Photonics* **7** 43 (2013).
2) H. Mimura *et al. Nature Communications* **5** 3539 (2014).
3) H. Yumoto *et al. Proc. of SPIE* **9206** 920605 (2014).
4) H. Yumoto *et al. Review of Scientific Instruments* **87** 051905 (2016).
5) H. Yumoto *et al.* "Advancement of hard X-ray nano-focusing ellipsoidal mirror at SPring-8", *Synchrotron Radiation News* (2016). Article DOI: 10.1080/08940886.2016.1198671

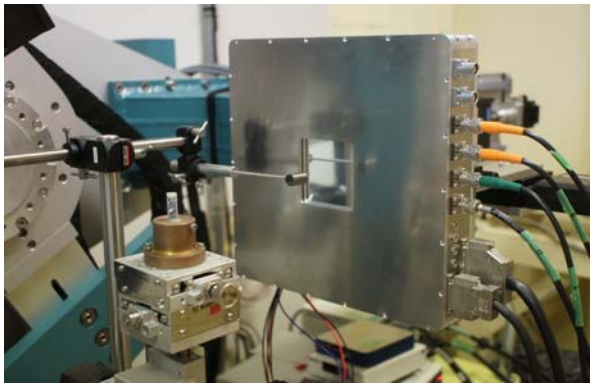
P-073

CdTe センサー及び窓型コンパレータ回路による 2 次元検出器の高性能化

JASRI 制御・情報部門　豊川秀訓、佐治超爾、川瀬守弘、呉樹奎、古川行人

X線受光センサーと ASIC（読み出し集積回路）を一体化し、各ピクセルに独立したアナログ・デジタル混合回路系を搭載した検出器をピクセルアレイ検出器或いはピクセル検出器と総称する。各種の形態のうち、サブミクロンの CMOS プロセスで製作された ASIC とアレイ状に微細電極加工された半導体センサーを接合したハイブリッド型ピクセル検出器は、センサー及び回路をアプリケーションに最適化させて独立に開発するこができる利点がある。本開発では、X線受光センサーに CdTe を採用することで 20～150keV に渡る広いエネルギーレンジで高検出効率を確保するとともに、ASIC には窓型コンパレータによりエネルギー弁別されたX線光子数をカウントする回路系を搭載し、各ピクセルが独立したフォトンカウンティング型検出器として動作する放射光実験用の 2 次元検出器の高性能化を行っている[1-5]。シリコンセンサーを用いた PILATUS 検出器では検出効率が 20keV で約 30%、30keV では約 10%であるのに対し、CdTe 検出器では 30keV 領域での検出効率をほぼ 100%に向上させ、更には 100keV を超える高エネルギー領域でも 50%以上の検出効率で行えるように高感度化する。最近、CdTe センサーを搭載した PILATUS 検出器が市販されたが、ASIC のコンパレータが X 線の下限値のみを制限する回路であるのに対し、本検出器の ASIC は下限と上限の両方を制限する回路に高機能化されており、高エネルギー成分のバックグラウンドも除去できるようになる。また、窓型コンパレータをスキャンすることにより、任意のピクセルを選びエネルギースペクトルを得ることができる。

CdTe センサー2 次元検出器の基本仕様は、ピクセルサイズを PILATUS 検出器と同程度の 200 ミクロン、1 素子の CdTe センサーの受光面積を 2cm×2cm ないし 4cm×4cm とし、これをタイル状に並べることで大面積化する。左下の写真は 2cm×2cm の CdTe センサーに SP8-04F10K ASIC を 1 素子接合したシングルモジュール型検出器である。受光部はボードのコーナーに配置されており、右下の写真はボードを 2×2 枚並べたマルチボード型検出器である。現在、4cm×4cm センサーに ASIC を 4 チップ搭載した大面積型ボードの開発を進めており、これを 4 ボード並べることにより 16cm×16cm の有感面積に拡大する計画である。本ポスター発表では、検出器の基本性能と BL14B1 及び Bl28B2 で実施した白色 X 線マイクロビームによる結晶粒界観察実験の結果を紹介する。



【参考文献】

[1] H. Toyokawa *et al*., Joutnal of Physics: Conference Series 425, 62014 (2013).

[2] T. Hirono *et al*., Nucl. Instrum. Meth. A731, 64 (2013).

[3] T. Hirono *et al*., Nucl. Instrum. Meth. A650, 88 (2011).

[4] H. Toyokawa *et al*., Nucl. Instrum. Meth. A636, S218 (2011).

[5] 豊川秀訓, X 線分析の進歩 第 42 集, 95 (2011).

P-074

MADOCA による実験計測システムの高性能化

（公財）高輝度光科学研究センター
増永啓康、阿部利徳、○松本崇博、古川行人、中田謙吾

MADOCA (Message And Database Control Architecture) は SPring-8 加速器制御のために開発された分散制御フレームワークであり、400 台以上のコンピューターをつなぎ、非常に安定的に運用できる堅牢制を持つ。MADOCA は可読性が高いテキスト(英語の SVOC 文型)によるメッセージ通信を行う通信規格でもある。2014 年には Windows OS 上での制御や、実験ステーションで広く用いられている LabVIEW とのインターフェースにも対応させた次世代制御フレームワーク MADOCA II を新規開発し、SPring-8 の加速器制御に導入した。[1][2]

MADOCA は SPring-8 の実験計測システムの高性能化にも応用できる。我々は BL03XU において MADOCA を用いた実験計測システムの開発を進めている。今年度中には図 1 で PILATUS のカメラデータ収集システムが稼働する予定である。MADOCA を実験計測系に用いることで、1)各種機器の追加の際も統一した制御体形に基づき柔軟に拡張できること、2) SPring-8 加速器のデータアクセスも柔軟に連携が取れること、などのさまざまなメリットが期待できる。この MADOCA 実験計測システムは汎用化を考慮しており他ビームラインにも適応させることができる。本ポスター発表では MADOCA による汎用実験計測システムについてユーザーからの様々なご意見を伺うことで今後の開発に活かしていきたい。

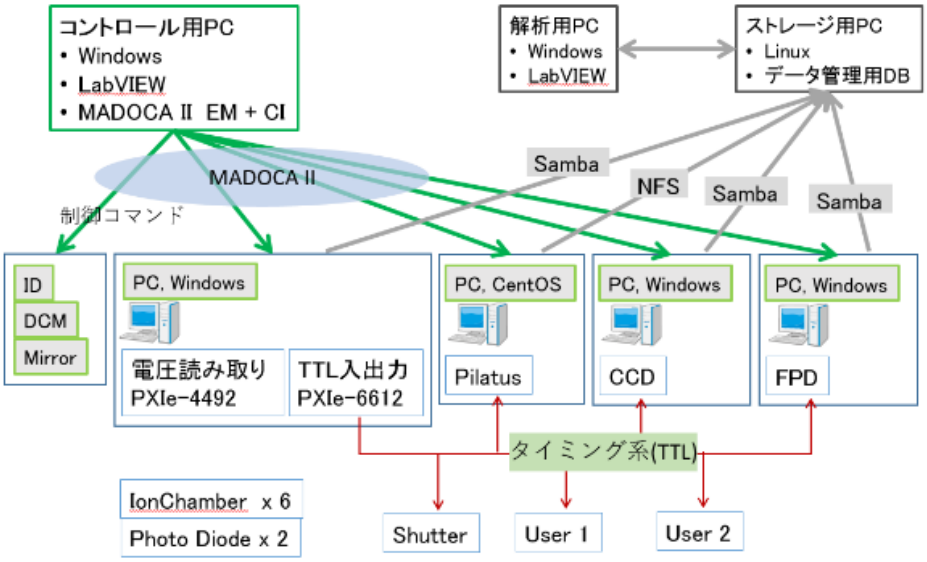


図 1.　MADOCA II を活用した BL03XU 汎用カメラデータ収集システム概念図

参考文献

1) T. Matsumoto et al., “Next-Generation MADOCA for the SPring-8 Control framework”, Proceedings of ICALEPCS 2013, San Francisco, California, USA, (2013) 944.
2) T. Matsumoto et al., “LabVIEW Interface for MADOCA II with Key-Value stores in Message”, To be published in Proceedings of ICALEPCS 2015, Melbourne, Australia

P-075

繰り返し変形に対する 4D-X 線位相 CT の開発

公益財団法人 高輝度光科学研究センター
星野真人

X 線位相イメージングは、主に軽元素で構成された生体試料や軟組織に対して、吸収を利用した可視化技術に比べて約 1000 倍高い感度で測定を行うことが可能であり、X 線位相 CT では、試料中の僅かな密度差に起因する構造情報を 3 次元で定量解析することが可能である。位相計測では、一般的に X 線干渉計が用いられ、位相情報を回復する手法として縞走査法が用いられる。縞走査法では、1 枚の位相像を得るのに複数枚の画像が必要であることから、通常の吸収イメージングに比べて測定時間が長くなる傾向がある。しかし、画像検出器の進歩や計測手法の改良により、縞走査法を用いた計測においても、ハイスループット計測あるいは高速計測が実現されてきている。これにより、従来では計測することができなかった未固定の新鮮試料(生体組織)の計測が可能となり、ダイナミック計測への展開の可能性も出てきた[1]。生体組織の場合、in-vivo で動的計測できることが望ましいが、X 線位相 CT では、その検出感度の高さゆえに、骨のような測定対象である軟組織と密度が大きく異なる物体が撮影領域に含まれてしまうと強いアーチファクトを生じるため、in-vivo 計測に展開するのは現状では非常に困難である。そこで、ex-vivo の状態の試料でも in-situ の状況を再現して測定を行うことで、動的生体組織を高感度で可視化できる計測手法の開発を目的とする。まずは繰り返し変形する生体試料の動的定量測定を目的とした 4D-X 線位相 CT の開発を行った。

4D-X 線位相 CT は、中尺の偏向電磁石ビームラインである BL20B2 で開発を行った。位相計測を行うために X 線タルボ干渉計を用いた。タルボ干渉計は、位相格子(G1)と吸収格子(G2)によって構成されている。X 線エネルギーは、G1 において $\pi/2$ の位相シフトが得られる 18.8keV に設定した。G2 は縞走査を高効率に行うために、ピエゾステージ上に設置している。画像検出器は、高効率計測が可能なストレートファイバーカップルの sCMOS カメラを用いた。4D-計測のために G2 走査による縞走査を高速で行う必要があるため、ファンクションジェネレータからの三角波形状のアナログ出力電圧を用いることで、高効率な走査を実現した。

繰り返し変形として、試料に対して一軸方向(鉛直方向)の伸展変形(引張/緩和)が行えるように、Fig.1 に示すように 2 機の回転ステージを対向するように設置した。上側回転ステージの上下並進移動により、試料に対して引っ張りを加えることが可能であり、2 機の回転ステージを同期して回転させることにより、試料を繰り返し引張/緩和させながら回転させることが可能となる。4D-X 線 CT 計測では、試料は引張/緩和を繰り返し、そのタイミングに同期してファンクションジェネレータからの三角波状アナログ出力電圧を用いて縞走査を行った。さらに、それらに同期して試料を回転させることで、位相 CT 再構成に必要な投影データの取得を行った。なお、試料は生理食塩水を満たした試料セル中で測定を行い、測定中の溶液温度が 10 度以下に保たれるような冷却機構の開発を合わせて行った。実際に摘出直後の未固定ラット尾の腱などの生体組織の引張/緩和の測定を行い、引っ張りに伴う試料断面形状の変化や密度の変化について定量的に測定・解析が行えることを確認している。発表では、得られた結果の詳細に加えて、繰り返し変形に対して 4D-X 線位相 CT を行うための走査方法の詳細について報告する。

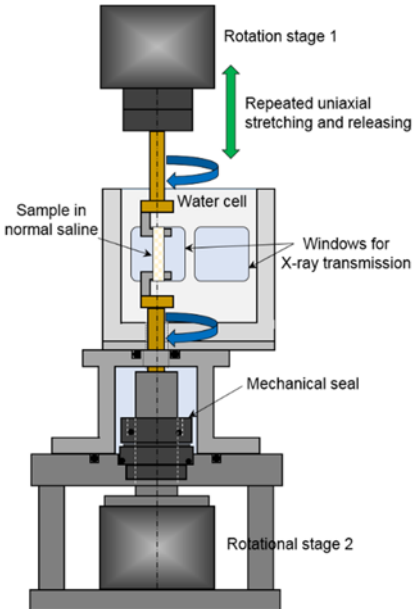


Fig.1 溶液中生体試料の繰り返し引張/緩和変形 4D-X 線位相 CT の試料周辺の概要図

参考文献

1) M. Hoshino, K. Uesugi, T. Tsukube and N. Yagi, J. Synchrotron Rad. **21** (2014) 1347.

P-076

顕微ナノイメージング分光法の開発

(公財)高輝度光科学研究センター
新田清文

現在、新機能・高性能なメゾスケール構造体の開発が活発に行われている。それに伴いメゾ構造体の機能部位における機能発現メカニズム解明を可能とする手法に対する要望が高まっている。それに対する有力な分析手法のひとつとして放射光を用いた顕微イメージング XAFS 法が行われている。現在、SPring-8 では、高空間分解顕微イメージング XAFS 法として、試料の色々な位置に集光 X 線を照射しマッピング計測を行う走査型顕微 XAFS 法[1]、X 線結像光学素子を用いたフルフィールド結像型 CT-XAFS 法の開発が進められている。硬 X 線領域での現状の空間分解能は、前者は集光 X 線サイズにより 100 nm 程度に、後者は X 線結像光学素子の解像度により 30 nm 程度に留まっている。世界的にも、主に光学素子の作成技術が律速となり、硬 X 線領域では 10 nm を超える顕微分解能をもつ XAFS 計測手法はこれまでに行われていなかった。

CXD 法は、干渉性(コヒーレント)X線散乱に対して位相回復計算を行うことにより散乱体の電子密度分布を求める X 線顕微法の一手法である。SPring-8 では BL29LXU において高分解能コヒーレントX線回折顕微法が開発され、10nm を超える空間分解能が達成されている)。また、測定目的元素の吸収端前後のエネルギーで CXD 計測を行うことにより、f'の差を利用して目的元素の分布の可視化も行う手法が最近開発されている[2]。

我々は、サブ 10 nm 顕微イメージング XAFS 法の実現を目指し、コヒーレント X 線回折イメージング(CXDI)法を XAFS 解析に必要なエネルギー点において行う新しい顕微 XAFS 法（CDXAFS 法）の開発及び高性能化開発を進めている。

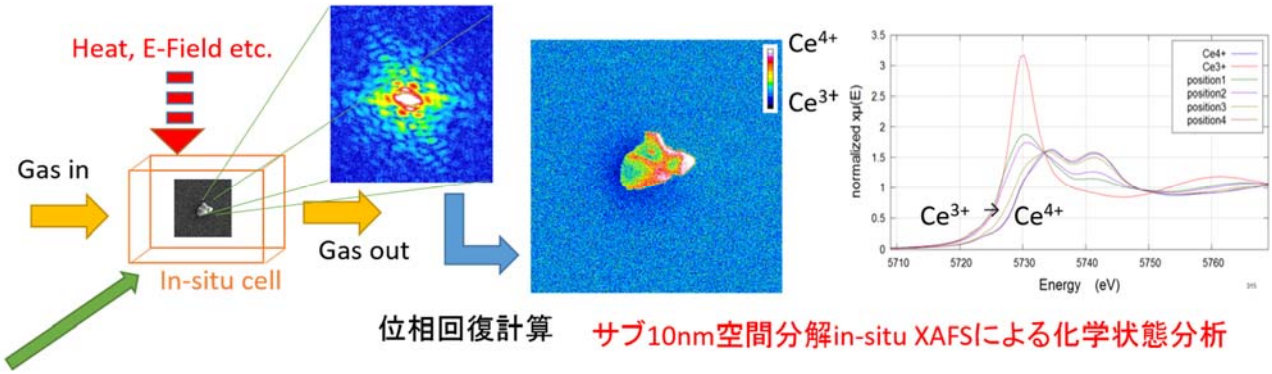


図 1. CD-XAFS 法の概念図

本発表ではこれまでの開発の経過及び測定結果、今後の展開などについて述べる予定である。

参考文献

1) T. Tsuji *et al.*, J. *Phys: Conf. Ser*. **430** (2013) 012019.
2) Yukio Takahashi *et al.*, *Physical Review B* **82** (2010) 214102.

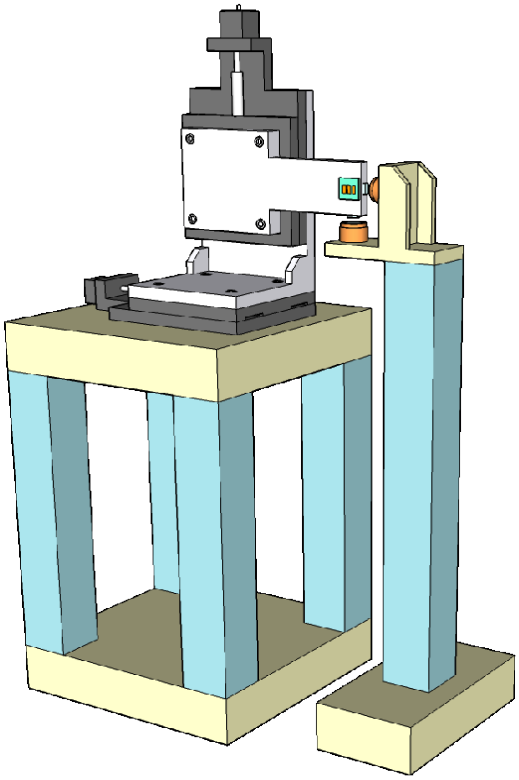
P-077

ナノビーム利用における精密安定化技術の開発

高輝度光科学研究センター
大沢 仁志 ・ 鈴木 基寛

現在、我々は、次世代光源でターゲットとされる 10 nm 級の集光ビームによる、ナノスケールの局所状態観測のための要素技術のである、精密な位置の安定化に関する技術開発を行っている。BL39XU では現在、KB ミラーによる 100 nm のビームが利用可能であり、触媒微粒子、磁性デバイスといった数 100 nm から 1 ミクロン程度の大きさの試料を対象とした、XAFS、および XMCD 測定等が行われている。しかし、より小さい 100 nm 程度の試料に対しては、良好な XAFS や XMCD スペクトルを得ることは現状では難しい。これは、それらの測定に必要な数十分間の時間スケールにおいて、X線と試料の相対位置を安定的に合わせ続けることが困難であることがその主な原因である。この問題を解決するためにはX 線照射位置および試料位置ともに安定化する必要がある。本開発では試料位置の精密安定化を主題に高度化を行った。このために、(1) 低熱膨張材料による試料位置調整機構の構築、(2) ナノメートル精度での試料位置観測システムの導入を行った。

(1)に関して、既存の試料位置調整機構ではアルミニウム製の支持台やステージが使用されており、これらの熱膨張のため、0.1℃の温度変化に対して 1400 nm 程度、試料位置が動いてしまう。本高度化では、ゼロ膨張ガラス等の低熱膨張性材料を支持台や試料ホルダーの部材として導入した。これにより、0.1℃の温度変化に対して、試料位置の変化を 280 nm 程度まで抑えこむことが可能となった。(2)に関しては、試料位置変化を 1 nm の分解能で捉える事のできるレーザー干渉計と 1 nm の分解能で試料位置を調節できるステージを導入した。これらによる試料位置のフィードバックシステムを現在、構築している最中である。本高度化で開発する安定な試料位置制御システムを、ユーザー利用へと提供してゆく予定である。



・青　ゼロ熱膨張ガラス（クリアセラム・高剛性）
・白　ゼロ熱膨張ガラス（ネオセラム）
・クリーム色　低熱膨張セラミック（シェイパル）
・黒　アルミニウム　（場合によってはノビナイトに置換可能）

図１　低熱膨張材料を活用した精密サンプル位置調整機構

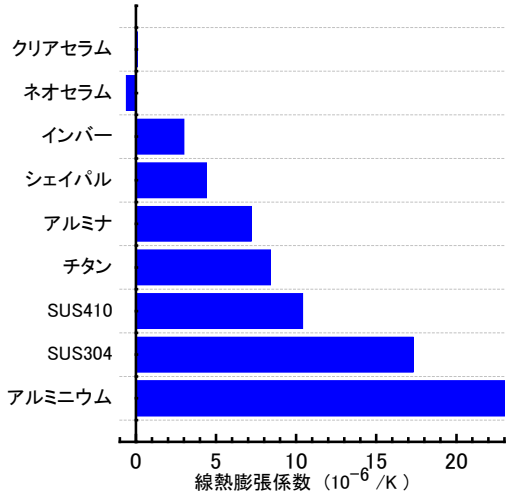


表 1 各種素材の線熱膨張係数。本機構で使用した素材が従来(アルミニウム)に比べより非常に低熱膨張である事がわかる。

P-078

赤外ナノ顕微分光ビームラインの整備（BL43IR）

（公財） 高輝度光科学研究センター 池本夕佳

BL43IRは赤外分光を行うビームラインで、主として赤外放射光の高輝度性を利用した顕微分光を行っている。BL43IRで利用できる放射光は、近赤外から遠赤外（10000～100 cm^{-1}、1.2～0.012 eV）の広い帯域をカバーする。図1はビームラインの模式図である。ビームラインでは特徴の異なる複数の顕微分光ステーションが稼働している。そのうち、高い倍率の対物鏡を搭載した高空間分解能顕微鏡と、ダイヤモンドアンビルセルなど種々のアタッチメントを搭載可能な長作動距離顕微鏡の稼働率が高い。このほか、ナノメートルオーダーの空間分解能を達成する近接場分光装置の開発も行っている。また、今年度より、パートナーユーザー利用課題が開始しており、磁気光学顕微測定の整備にも力を入れている。

赤外顕微分光においては、数 mm の領域に赤外光を集光して分光測定を行っている。また、近接場分光においては、数百 nm の先端径をもつ AFM プローブに赤外光を集光し、プローブ先端に形成される近接場光を分光して測定を行っている。分光は、マイケルソンモーレーの干渉計を基本にしたフーリエ変換分光光度計を利用している。赤外放射光の高輝度性は、顕微分光や近接場分光など、微小領域に集光する際に威力を発揮する。一方、ビームの安定性は、測定を行う集光点の安定性に直結し、スペクトルの S/N 比に影響を与える。また、赤外の分光器は干渉計を利用しており、この中で可動鏡が数 Hz で振動している。干渉計内におけるビームの安定性も、スペクトルの S/N 比を左右する。2012 年度、ビームの振動が顕著となり、ビーム径の 1/4 程度振動する事象が発生した。周期はおよそ 30Hz であった。この結果、顕微分光の測定時間が 2 倍程度に増大し、近接場分光は測定不可な状態になった。ビーム輸送系の 10 カ所以上でチャンバーや台座の振動を測定し、また、放射光の振動計測や、放射光の代わりに上流から導入したレーザーの振動計測などを行った。この結果、M0-M1 ミラー間の真空チャンバーに接続されているイオンポンプの固定が不十分なことが原因であることがわかった。ポンプの固定のほか、チャンバーの固定方法の改善などにより、顕著なビーム振動は除去することができた。しかし、2012 年度にビーム安定性が悪化する以前から、BL43IR における放射光のビーム安定性は、赤外分光で通常広く利用されるグローバーランプなどの熱輻射光源と比較すると劣っていた。およそ 10～100Hz 帯域にブロードな振動があり、これはビーム輸送系のわずかな振動に起因すると考えている。我々は、チャンバーやミラーの安定性をさらに上げる対策を施すとともに、図2に示すフィードバックシステムを導入し、さらなる安定性の向上に努めている。

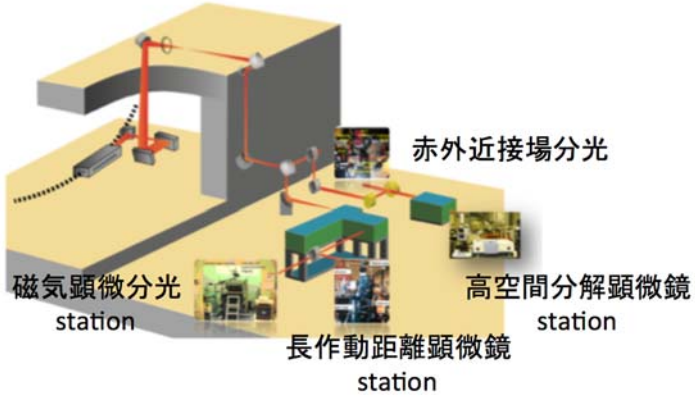


図１　BL43IR の模式図

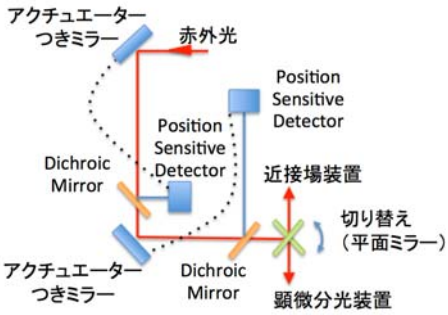


図２　ビーム安定化システム

P-079

微小試料精密マウント装置の整備

利用研究促進部門
平尾 直久、河口 沙織、大石 泰生、中村 哲也

本整備の目的は、微小試料をサブミクロン精度で素早く確実にハンドリング（サンプリングや簡易加工）するための微小試料精密マウント装置の整備である。近年の電子材料、工業部品の高性能化や結晶学や構造物性研究の進展に伴い、微小試料・微小領域の精緻な分析が求められている。SPring-8 においても世界に先駆け、X 線集光技術開発が行なわれており、得られた高輝度微小径 X 線を用いた研究が活発に行なわれている。 しかし、試料表面の切削、埋没試料の取り出し、試料の移動、マウントといったサブミクロンサイズの微小試料サンプリングは、これまで手作業で行われてきた。そのため、微小試料サンプリングに経験を要する上、試料破損・損失のリスクを伴い、また、サンプリング結果にばらつきが生じていた。

図 1. グローブボックス内に設置された顕微鏡一体型マイクロマニピュレーターシステム

そこで、利用研究促進部門では、図 1 に示す顕微鏡一体型の電動制御式マイクロマニピュレーターシステム(Micro Support 社製・Axis Pro)を新たに導入し、リング棟内の側室に設置した。その結果、マイクロマニピュレーターシステムの自動化制御により繰り返し作業やシームレスな作業が可能となった。図 2 に利用事例として、高圧発生装置ダイヤモンドアンビルセル先端部（直径 20μm)に直径数 μm のルビーチップをマウントした際の様子を示している。これまで、手作業により 30 分程度要していた作業時間が 10 分以下に短縮可能となり、作業精度とともに作業効率も大幅に向上した。

また、大気圧型グローブボックス(UNICO 社製・UL-1300A)内にマニピュレータシステムを設置し、不活性ガス置換雰囲気下においても微小試料の操作・加工を可能とした。その他、Axis Pro 専用のオプションツールのなかから、1）ミクロ切削を可能とする「ミリングプロ」、2）精密ピンセット操作のための「マイクロツイーザーズ」、3）微小物の真空吸着ピックアップのための「真空ピンセットシステム」、4）液体をピコリットル単位で吸引・滴下する「マイクロインジェクター」も導入し、多種多様な試料に対応した。本整備により、サブミクロン精度における微小試料のサンプリングや切削などの操作が作業経験等に依らず、再現性よく行えるようになったことで、実験効率の大幅な向上が見込まれる。

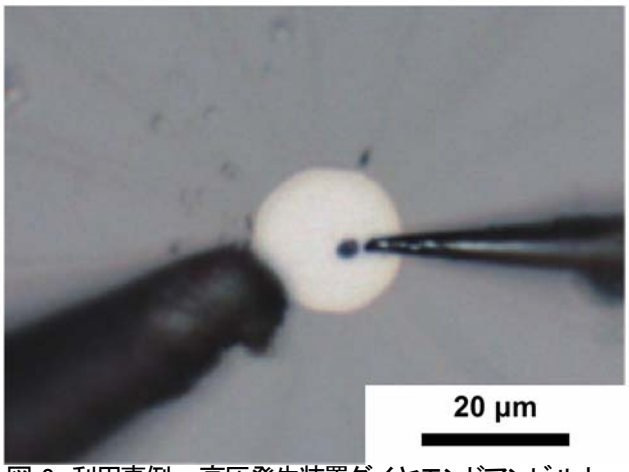


図 2. 利用事例: 高圧発生装置ダイヤモンドアンビルセル先端部への微小試料マウントの様子

【利用希望の方へ】

本装置は、同種の微小試料操作を必要とする共用ビームラインで有効に共用する目的で導入したものであり、是非、有効に御活用ください。利用希望がある場合は、ビームライン担当者に相談をお願い致します。なお、今のところ、使い方を説明できるスタッフが少ないので、急な使用希望には応じられない場合があります。日程に余裕をもって御検討くださいますよう、ご協力宜しくお願い致します。

P-080

試料精密アライメントによるX線ナノ回折マルチスケールマッピング法の開発

JASRI 利用研究促進部門 ／ GIGNO
今井 康彦

放射光ナノビームX線回折による局所構造評価法は，次世代半導体デバイス開発のための材料評価にとって強力なツールの１つとなっている[1, 2]。しかし，測定する試料の表面が平らでない場合にはビームサイズと同等の空間分解能で測定できない，という解決すべき課題を抱えていた。試料の回転によって試料上でのX線の照射位置がずれるという問題である。これは，平らではない試料の場合，その表面をゴニオメーターの回転中心に合わせることが難しいことに原因である。測定面が平らでない試料は，ヘテロ構造を利用した半導体材料や３次元集積化へ向けたデバイス材料などにおいて，断面からの評価が求められ始めており，今後増えていくものと考えられる。そこで本研究では，試料表面の形状に依らず，試料を簡便に高精度で自動的にアラインメントする技術を開発し，ナノビームX線回折の100 nm から mm オーダーに渡るマルチスケール実空間マッピングを実現することを目的とした。

X線回折の測定では，試料を回転させてもX線が試料の同じ位置にあたり続けなければならない。そのためには試料上の測定位置を，ゴニオメーターの回転中心に合わせる必要がある。一般に，このアラインメントは「試料によるビームの半割」で行われる。しかし，試料表面が平らではない場合には，この手法を使うことは出来ない。凸部が先にX線を遮ってしまい，正しく半割ができないからである。本研究では，高精度共焦点型レーザー変位計（スポット径: 約２μm，分解能 : 10 nm），エンコーダー内蔵超音波モーター駆動小型ステージ（分解能 : 100 nm）と高精度キネマティックマウントを組み合わせることで，試料表面の形状を問わず，試料の任意の位置を簡便に自動でゴニオメーターの回転中心に合わせるシステムを開発した。試料形状を予めオフラインで測っておき，そのデータを使ってオンラインにおいて位置を補正するシステムである。レーザー変位計に共焦点タイプのものを用いることで，測定面の傾きの影響を受けずに試料表面凹凸状態の測定を可能としている。シリコン基板の破断面をテスト試料として，システムの評価を行った。このテスト試料の断面形状を測定した結果を図１(a) に示す。この結果を用いて，表面を自動で回転中心に合わせる機能をオンにした状態での，各点の回転中心からのズレを図１(b) に示す。破断面 600 × 100 μm^2 に 14〜60 μm あった表面の凹凸に対して，回転中心からのズレを -0.5〜1.7 μm 以内に合わせることが出来ている。これは，ビームサイズ 100 nm のX線による回折の実空間マッピングには十分な精度である。発表では，システムの詳細，実際にナノビームX線を使った評価実験の結果，応用展開について報告する。

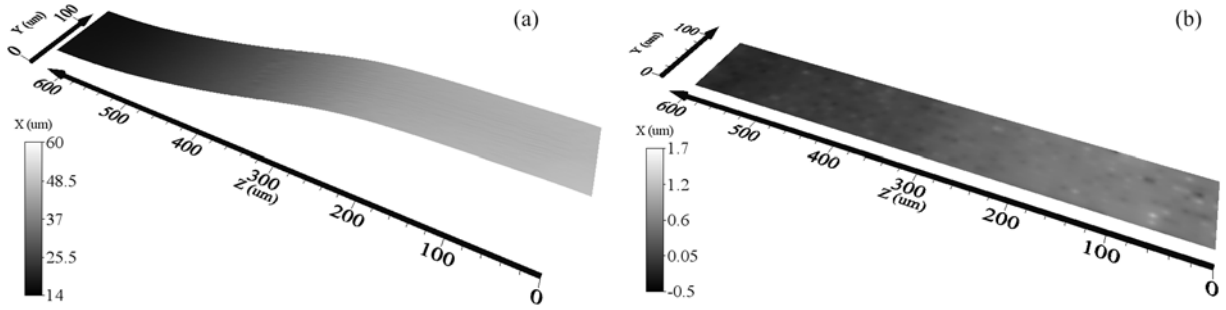


図１. レーザー変位計を用いてオフラインで測定したテスト試料の破断面形状(a)，測定した形状データを用いてX方向の位置を自動補正した結果(b) X方向の原点はゴニオメーターの回転中心。

謝辞
本研究は JSPS 科研費 26420292 および JASRI GIGNO プロジェクトの助成を受けたものです。

参考文献

1) Y. Imai, S. Kimura, O. Sakata, A. Sakai, AIP Conference Proceedings CP**1221**, (2010), 30-32.
2) S. Kimura, Y. Imai, O. Sakata, A. Sakai, Key Eng. Mater. **470**, (2011), 104-109.

P-081

スリットレス小角 X 線散乱法を用いた μBeam USAXS 光学系の構築

高輝度光科学研究センター　増永啓康、加部泰三、山崎裕史、木村 滋

繊維、フィルム、ゴム、樹脂など我々が身近に利用している高分子材料においてはサブナノメートルからマイクロメートルもの階層構造を有することが知られており、SPring-8 においてはこのマルチスケール構造評価のために、広角 X 線散乱測定から超小角 X 線散乱測定を組み合わせたさまざまな散乱測定が実施されている。小角散乱測定は入射 X 線光軸に対して数度以下の角度領域であるダイレクトビーム周りの散乱光を取得・評価する手法である。そのためミラー、スリット、窓材などから発せられるダイレクトビーム周りの散乱（寄生散乱）を効率よく除去する必要がある。一般的な小角散乱測定光学系においては、このような寄生散乱を取り除くことを目的として、サンプル上流に 2 組もしくは 3 組のスリット（ピンホール）が設置される。どこまで大きな構造を観測できるかを示す小角分解能はそれぞれのスリット開口及びスリット間距離により決定され、小角分解能を高めるためにはスリット開口を小さくし、スリット間距離を長くする必要がある。また、局所領域における構造評価を実施することを目的としてマイクロビームも多く利用されている。一般にマイクロビームでは集光光学系が用いられるが、低発散角の光を要求する小角 X 線散乱光学系においては、微小ピンホール（コリメートピンホール）で光を切り出すマイクロビームが用いられる。ピンホールにより切り出された光はフラウンホーファー回折により広がるため、微小ビームを利用するためにはピンホールと試料との**距離をできる限り短く**する必要がある。一方で寄生散乱除去のためには、コリメートピンホールと寄生散乱除去のために試料前に配置させるガードピンホールとの**距離をできる限り長く**する必要がある。マイクロビーム小角散乱測定のためには、この相反する条件を満たす必要があるため、一般には試料と検出器との距離（カメラ距離）が 3 m 程度に配置された $q > 0.06\ \mathrm{nm}^{-1}$（$d < 100$ nm）程度の小角分解能にとどまる。

本報告では、寄生散乱除去のためのスリット光学系を廃し試料上流に単結晶を配置することによって、寄生散乱を回折幅の範囲内に抑える単結晶コリメート小角散乱光学系を報告する。この手法を用いることでマイクロビーム光学系におけるカメラ距離を延ばすことが可能となり、小角分解能を向上させることができる。次に詳細を示す。光軸に直径数 μm のコリメートピンホールを挿入し X 線を切り出し、試料位置で数 μm 程度の光を作る。ピンホールの下流 2 組の Si(111)単結晶を地面に対し水平および垂直に配置させ、入射 X 線の回折光を下流に導く。例えば Si(111)単結晶は 12keV の X 線に対し回折幅は 4 秒程度であるため、この回折幅よりも広がった光は回折光として観測されない。つまり、発散角の大きい寄生散乱は取り除くことができることを示している。図 1 に通常の小角散乱光学系と構築した単結晶コリメート小角散乱光学系の模式図を示す。試料と検出器の距離が 8m の小角散乱光学系では、スリットカメラ距離 8m の小角散乱光学系では 6 m 程度のスリット間距離が要求されるが、開発したシステムでは、0.2 m 程度の距離で寄生散乱の除去が可能であった。発表においては発表では開発したシステムを用いた場合の寄生散乱の低減効果および測定可能領域の検証結果について報告する。

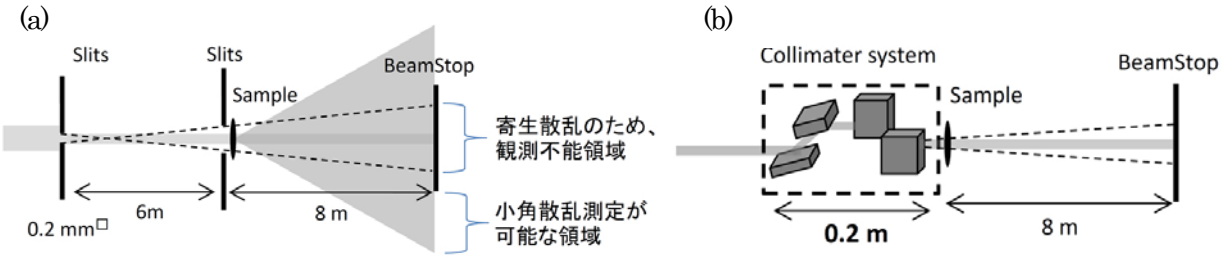


図 1　寄生散乱除去のための光学系模式図。(a)2 スリット光学系、(b)単結晶コリメート光学系

本研究は GIGNO プロジェクト、科研費(26390124) 、光量子融合連携研究開発プログラムの助成を受け達成された。

P-082

高分解能二次元角度分解光電子分析器の開発

公益財団法人高輝度光科学研究センター（JASRI）
室 隆桂之、松下 智裕

我々は、内殻の化学シフトを分離した光電子回折（PED）や、さらには角度分解光電子分光（ARPES）によるフェルミ面の観測を可能にする、従来にない高エネルギー分解能の二次元表示型角度分解光電子分析器の開発を進めている。本ポスター発表では、開発の現状を報告する。

我々が開発のベースとなる分析器として採用したのは、阻止電位型分析器（retarding field analyzer: RFA）である。RFA は、Fig.1 に示すように球面グリッドを用いる単純な構造の分析器で、低速電子線回折（LEED）などの電子線回折でよく用いられている。Fig.1 は 3 枚グリッド構成の例であるが、初段および後段グリッドを接地して中段グリッドに阻止電位を印加する。試料表面の光スポットから放出された電子のうち、阻止電位を越えることができるエネルギーを持った電子だけが、その放出方向を保って検出器に到達する。つまり、RFA はハイパス型の二次元角度分解電子分析器である。光電子分光では、バンドパス検出が必要であるため、異なる２つの阻止電位で検出強度の差分をとる必要がある。

球面グリッドには通常、W ワイヤーを編んだメッシュが用いられる。ワイヤーメッシュを用いた従来の RFA の分解能は、E/ΔE～200 と報告されている [1]。今回の我々の開発では、共同研究者の松下（JASRI）が、阻止電位近傍の詳細な電位計算と電子軌道計算を行い、ある電極設計において高分解能化が可能であることを見出した（特許申請中）。2015A 期に、その評価実験を放射光を用いて行ったところ、従来の 10 倍の分解能である E/ΔE=2,100 を確認した。開発した光電子の取り込み角度範囲は±45° である。この段階で、内殻の化学シフトを分離した PED には十分に適用できるレベルとなった。しかし、ARPES にはまだエネルギー分解能が不十分である。

我々は、RFA を APRES にも適用するため、さらなる高分解能化（E/ΔE≧10,000）を目指した開発を進めている。このレベルの分解能は、従来のワイヤーメッシュを用いた球面グリッドでは達成が難しい。これは、メッシュの開口面積の不均一性が分解能に影響するためである。そこで我々は、機械加工によって開口面積が均一な球面グリッドを試作した。2016B 期において、評価実験を行う予定である。ポスター発表では、これまでの評価実験の結果を報告する。

本開発は、JASRI 内の競争的資金制度 SOLUTUS の助成によって進められた。

参考文献

1） S. Kanayama et al., Rev. Sci. Instrum. 60, 2231 (1989).

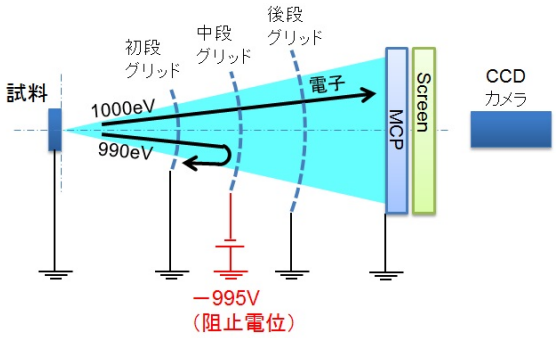


Fig. 1　典型的な３枚グリッド構成の RFA

P-083

コンプトン散乱を用いた非破壊内部観察法の開発

高輝度光科学研究センター
伊藤 真義, 櫻井 吉晴

BL08W では、SPring-8 の特徴である 100keV 以上の高エネルギー高フラックス X 線を利用して、試料からのコンプトン散乱 X 線を利用した新規の非破壊内部観察法の開発、システムの整備を行っている。コンプトン散乱イメージングは、1）散乱法であるため、X 線の透過が不可能なサイズの試料においても表面付近の内部構造の観察が可能、2）断面構造の直接的な観測が可能であり、試料の回転は不要、3）軽元素の観察も可能、などの特徴を持つ。古くは 1959 年の Lale らの報告[1] に始まり最近では Harding らによってレビュー[2] がまとめられており、大型建造物の非破壊検査などに用いられてきた。その空間分解能は現状ではｃｍ程度であるが、放射光を利用することにより、空間分解能の飛躍的な向上が期待される。また、散乱X線エネルギースペクトルの形状は散乱相手の電子の運動量情報をもつので、エネルギー分散測定を同時に行えれば反応分布の三次元観察などに注目した研究が可能である[3]。

本開発研究では、このコンプトン散乱イメージングに放射光を用いることによりマイクロメートル空間分解能での非破壊内部観察法の検証を行い、その測定システムを整備した。主たる測定対象は大型リチウムイオン電池である。コンプトン散乱イメージングにおける実験装置配置は、Fig. 1 のような配置が考えられるが、現状では 1）マイクロビームとマイクロコリメータによる局所観察（point by point）と、2）平面ビームとピンホール光学系による 2 次元断面測定（plane by plane）を採用した。1）の点分析では、入射X線のエネルギーを 115keV とし、上方散乱角 90 度に設置したゲルマニウム検出器にて散乱 X 線を検出する。散乱強度情報に加え散乱 X 線エネルギープロファイルも取得可能であり、リチウム電池内での反応分布測定[4] などがすでに行われている。また、2）では、試料に照射、散乱したX線を試料上方に設置したピンホールを介し２次元画像X線検出器（イメージインテンシファイア＋CCD カメラ）で取得する。入射X線のエネルギーは 115keV、ビームサイズは、垂直 20～100micron、水平 約 5mm 程度である。ピンホールサイズは、現状、４象限スリットを用いており、通常 100～250μm程度に設定する。

コンプトン散乱イメージング法は断面像の直接観察が可能であり、放射光を用いることにより高分解能、短時間での測定が可能となった。本報告では単色光を用いた実験を行ったが白色光を用いればより短時間の測定が可能であろう。本手法は、軽元素でも観察が可能、試料回転の必要がなく時分割実験が容易、X線が透過できない巨大試料の観測も可能など透過法にない利点も多く、有力な手段となろう。

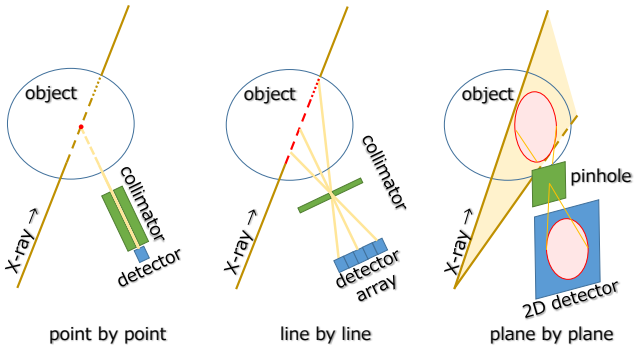


Fig. 1. Schematic illustration of setup for Compton scatter imaging

参考文献

1) P. G. Lale: Phys. Med. Biol., 4 159 (1959).
2) G. Harding: E. Harding: Appl. Radiat. Isot., 68, 993 (2010).
3) M. J. Cooper (Ed.): X-ray Compton Scattering, OXford University Press, OXford (2004).
4) M. Itou *et al.*, J. Synchrotron Rad., 22, 161 (2015).

P-084

XRD・XRR・HAXPES による金属/SiC 界面反応層の評価

(公財)高輝度光科学研究センター　産業利用推進室
小金澤智之、石丸哲、安野聡

JASRI 産業利用推進室が管理運営する BL46XU（産業利用Ⅲビームライン）には第 1 実験ハッチに多軸 X 線回折計が、第 2 実験ハッチに硬 X 線光電子分光（HAXPES）装置が設置されユーザー実験に供用されている。1 本のビームラインに X 線回折計と HAXPES 装置の両方が設置され、1 つの課題で回折・散乱（結晶構造・配向評価）と HAXPES（結合状態・深さ分析）の二種の分析手法を利用できる共用ビームラインは日本では唯一であり、BL46XU の大きな特徴である。しかし両装置の運用開始後 7 年が経つが、両分析手法を有効活用し、多角的に材料を評価する利用課題は少なく BL46XU の特徴を生かし切れていないと言える。これはビームラインスタッフの両測定手法への理解および情報発信不足が要因だと考える。そこで昨年度より、分析ターゲットを選定しスタッフが主体的に試料作製・測定・解析を実施し、成果を情報発信することで新たな利用者を発掘することを試みている。分析ターゲットには、金属/SiC 界面反応層および SiC 上酸化膜を選定した。SiC は低損失、高耐圧、高温動作等の優れた特性を持つパワーデバイスが実現可能なことから Si に代わる次世代半導体材料の一つとして注目されている。一方で金属電極との間に高いショットキー障壁を生じるために安定的で低抵抗なオーミックコンタクトを形成する事が難しいという課題がある。SiC では単層や積層の金属薄膜を高温熱処理によってシリサイド化しオーミック特性を発現させるが、界面反応層の状態や結晶配向性については十分な理解がなされていない。そこで 2 次元検出器を用いた XRD と HAXPES により金属積層膜/SiC 界面反応層を多角的に評価した[1,2]。

基板には n 型 4H-SiC バルク基板を用いた。BHF により洗浄した後、DC スパッタにより SiC の Si 面に Ni 薄膜（20 nm）および Ti 薄膜（10 nm）を成膜し、30 sec の RTA 処理を行った。X 線回折・散乱測定では X 線エネルギー12.40 keV とし、X 線反射率測定・θ/2θ 測定に加え、2 次元検出器 PIALTUS 300K を用いた 3 次元逆格子空間測定を行った。HAXPES 測定は電子アナライザーに VG-Scienta 製 R4000 を用い、X 線エネルギー7.94 keV、試料法線に対して光電子の取り出し角 10°、入射角 80° の条件にて C1s, Si1s, Ni2p, Ti2p 等の内殻スペクトルを測定した。 XRD の結果より as-depo において Ti が基板法線方向に[0001] 配向し、面内方向も SiC 基板と方位関係を持ったエピタキシャル成長をすることが分かった。また面内に[0001] 配向した成分もわずかに存在した。300~400℃の熱処理で Ti_5Si_3 と TiC の生成が始まり、いずれもエピタキシャル成長をする。Ti_5Si_3 は面内に 2 つのドメインを形成することが明らかになった（図 1）。HAXPES 測定からも Ti_5Si_3 と TiC の生成が確認できた（図 2）。発表当日は界面反応層の形成過程や Ni と Ti の比較などを詳細に議論する。

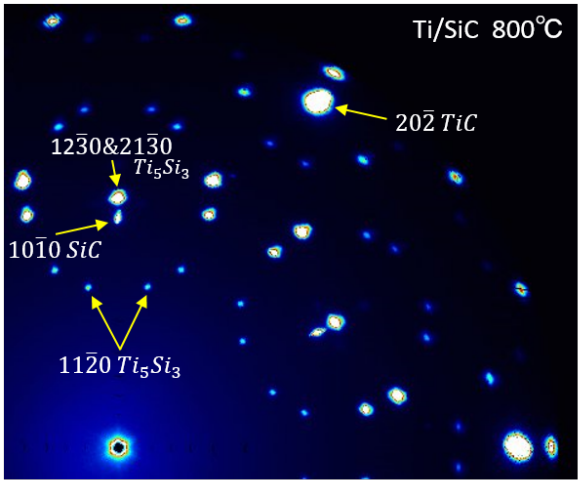


図1　面内逆格子断面像（800℃ RTA処理）

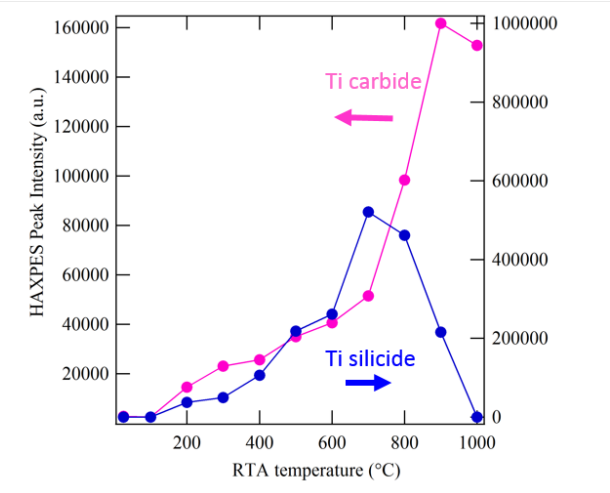


図2　HAXPES ピーク強度の熱処理温度依存

1)　安野 聡,小金澤 智之,石丸哲, 第 2 回先進パワー半導体分科会講演会(2015)
2)　小金澤 智之,安野 聡,石丸哲, 第 63 回応用物理学会春季学術講演会(2016)

P-085

構造材料の3D/4Dイメージベース解析に関する研究

戸田裕之[1]，平山恭介[1]，上杉健太朗[2]，竹内晃久[2]

[1] 九州大学，[2]JASRI

マイクロトモグラフィーイメージングとその応用

我々は、シンクロトロン放射光マイクロトモグラフィーによる3D/4Dイメージング（4D＝3D＋時間軸）で得られる情報が非常にInformation-richな点に着眼している。これまで、力学的な弾性および塑性歪み[1]、き裂進展駆動力[2]、合金元素濃度、多結晶材料の結晶粒の形態や結晶方位等を材料内部で材料内部で高密度にマッピングする3D/4Dイメージベース解析を開拓してきた。これらの技術では、外部負荷等の外乱下で構造材料を3D連続観察し、得られる4D画像に写る膨大な数の粒子の軌跡を追跡する。これにより、図1に示す歪やき裂進展の駆動力の3D/4Dマッピングが初めて可能になった[3]。さらに、これに特殊なX線回折を援用し、図2に示す結晶方位3D/4Dマッピングを実現した[4]。

SPring-8 BL20XUのPUとしての業務では、これらの開発、および応用に必要な環境整備を進めている。これらのアプローチにより、アルミニウムや鉄鋼などの構造材料で従来の解釈から逸脱する現実の材料の不均一、不規則で確率的な挙動を解明し、強度や疲労特性等に優れる構造材料の創製指針を提示しつつある。例として、実用材料として広く用いられているアルミニウム合金ダイカスト材でこれまで知られていなかった表面直下の高密度な欠陥を発見し、この欠陥が疲労破壊をもたらす事を解明した産業利用例がある。他にも、アルミニウムの真の破壊機構を解明し、大幅な力学特性向上が可能であることを実証する成果も得ている[5]。

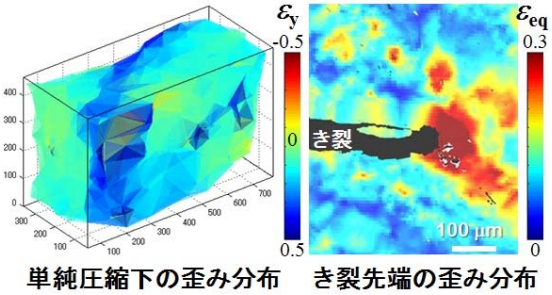


図1 歪み3Dマッピング例（いずれもアルミニウム）

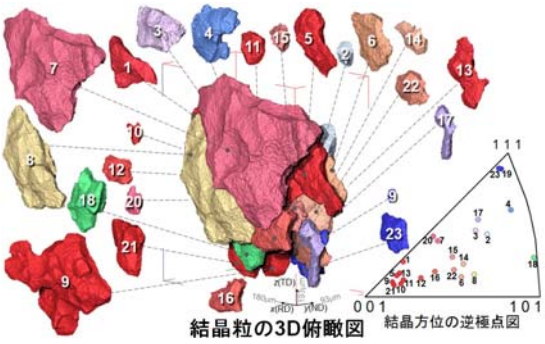


図2 結晶3Dマッピング例（アルミニウム）

3D/4D画像の産業応用

最近では、3D/4Dイメージベース解析を産業技術に展開し、リバース4D材料エンジニアリングと称する新しい技術を創成しつつある。これは、「材料設計→評価→材料創出」という従来の構造材料の開発プロセス（図3上側）と時間的に逆行するアプローチ（同図下側）により、迅速かつ高精度に高性能材料を開発できる新概念である。3D/4Dイメージベース解析により、二次元(2D)観察を基礎として発展してきたこれまでの学術から飛躍し、複雑現象の解明や最適組織設計にダイナミックかつ最短距離でアプローチできるものと期待される。これにより、物質の4D構造を評価する確度の高い実証性と、それと体系的に整合するイメージベースの論理的推論を実施することができ、3D/4D構造材料サイエンスという独自の学術方法論を確立することが期待される。

図3 リバース4D材料ｴﾝｼﾞﾆｱﾘﾝｸﾞの概念

参考文献

[1] Kobayashi, Toda, et al., Acta Materialia, 56(2008), 2167-2181
[2] Toda, Sinclair, et al, Acta Materialia, 52(2004), 1305-1317
[3] Qian, Toda, et al, Physical Review Letters,100(2008),115505
[4] Toda, Ohkawa, et al., Acta Materialia, 61(2013), 5535-5548
[5] Toda, Hidaka, et al., Acta Materialia, 57(2009), 2277-2290

P-086

強相関電子系分子性物質の赤外顕微イメージング分光による電荷ダイナミクスの研究

東北大学金属材料研究所[1]，*SPring-8/JASRI*[2]
佐々木孝彦[1]，佐々木智[1]，橋本顕一郎[1]，小林亮太[1]，井口敏[1]，伊藤桂介[1]，池本夕佳[2]，森脇太郎[2]

本パートナーユーザー課題では，赤外物性ビームライン BL43IR において，強相関電子系分子性導体における電荷ダイナミクス研究を進展させるために，[1]赤外顕微ステーションにおける微小領域赤外分光の 2 次元走査測定による電子状態空間イメージングの高分解能・高精度化，および，[2]磁気光学ステーションの再整備・利用標準化と低エネルギー領域への分光領域拡張を行うことを目的としている．[1]，[2]の高度化により PU 課題である強相関電子系分子性物質に発現する隣接電子秩序相間の境界領域で誘起される電荷・スピン自由度による非自明な量子状態 —量子スピン液体・電荷液体，電荷ガラス状態— の低エネルギー赤外分光測定による電荷ダイナミクス研究を実施する．また，本高度化は，低エネルギー赤外分光・微小領域・空間分布・磁場印加をキーワードとする有機・無機物質，物性研究・材料評価を問わず赤外物性ビームライン全体のユーザー拡大・実験内容の高度化に資するものである．

本 PU 課題は 2016A 期より開始したが，[1]に関しては，電荷秩序絶縁体である分子性導体θ_m-(BEDT-TTF)$_2$TlZn(SCN)$_4$ の冷却速度に依存した電荷ガラス－電荷秩序絶縁体転移における秩序形成過程の赤外イメージング測定を行っている．図 1 は，転移点近傍の冷却過程に依存した電気抵抗変化と各抵抗状態での赤外イメージング像である．冷却速度に依存して高温電荷液体状態から低温電荷秩序固体状態への転移において非平衡状態である電荷ガラス状態が現れる．このガラス状態近傍では長時間緩和が存在し中間的抵抗状態が存在する．赤外イメージングによりこの中間状態を調べると電子相分離状態になっている様子が捉えられた．本課題での装置高度化では偏光子機構の作製・挿入位置変更をビームライン担当者と行い，実効的な空間分解能，走査安定性の向上が図られたことにより得られた結果である．[2]に関しては，長期休止状態にあった磁気光学ステーションの無冷媒超伝導マグネット（図 2）の再整備を行い，14 テスラの磁場発生を確認した．現在，汎用クライオスタットの設計・製作，室温での放射光赤外光の導入テストを行っている．本PU課題での高度化としては，遠赤外領域への分光測定範囲の拡張を計画し，強相関電子系物質における電子系エネルギーがおおよそ10K（ケルビン）～10T（テスラ）～1meV (10 cm^{-1})の低エネルギースケールで拮抗した状態での特徴的量子状態，磁場誘起状態研究を予定している．2016B 期後半での低温磁場中遠赤外分光測定の実施に向けて装置改良等をビームライン担当者とを行うとともに利用ユーザー，対象試料などの調査も行っている．

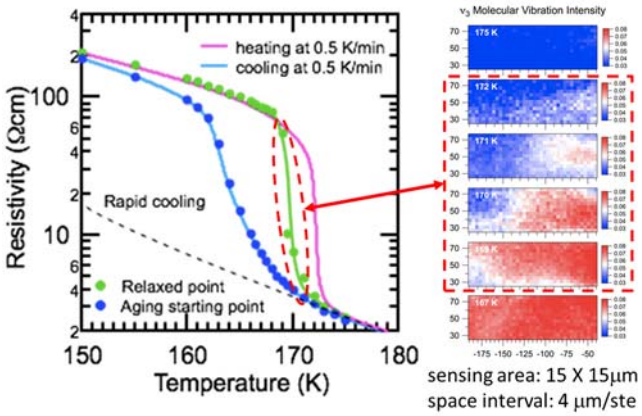


図 1. θ_m-(BEDT-TTF)$_2$TlZn(SCN)$_4$ の電荷秩序絶縁体転移に現れる電子相分離の赤外空間イメージング

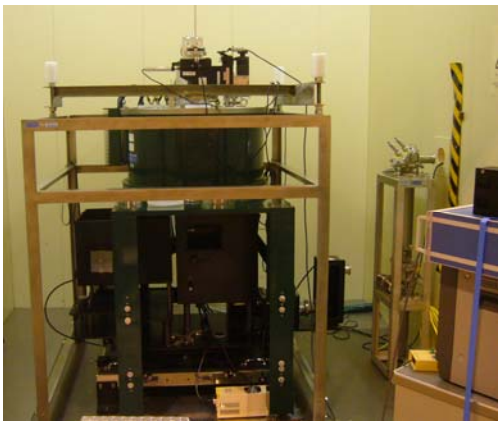


図 2. 再整備中の BL43IR 磁気光学ステーション

P-087

粉末・多粒子 X 線回折による高速構造計測基盤の構築

広島大学理学研究科[1]*、筑波大学数理物質系*[2]*、大阪府立大学理学系研究科*[3]
森吉 千佳子[1]、西堀 英治[2]、久保田 佳基[3]

粉末構造解析ビームラインである BL02B2 では、従来、イメージングプレート IP を検出器とした大型デバイシェラーカメラと SPring-8 の優れた光源特性を活用した多種多様な精密構造物性研究が行われてきた。IP 測定システムにオンラインでデータ読み出しが可能な半導体検出器 MYTHEN 測定システムを組み合わせ、広角データ測定と高速測定とを一つの回折計で両立した実験ステーションを構築することにより、既存ユーザーの研究のさらなる発展と新規ユーザーの開拓が期待される。本 PU 課題は、このような高度化の支援、新しい測定システムを活用した利用研究の拡大、ユーザー支援を行うことを目的として 2015A 期よりスタートした。無機材料からタンパク質のような巨大分子までの広い分野をカバーし、かつ多彩な外場下で物質の三次元構造決定を可能とする計測基盤を構築することを目指している。

1. 高度化の状況：2015A 期までにビームライン担当者により大型デバイシェラーカメラの改造が行われ、6連装の MYTHEN 半導体検出器が既存の IP 検出器と共存する形で設置された。ユーザーフレンドリーなシステムの構築により利用者は拡大している。

2. 支援課題実施の状況：2015AB 期には 20 グループ、2016A 期には 7 グループの支援課題が実施された。各種学会や研究会等で BL02B2 の研究成果や測定システムを紹介し、新規ユーザーの勧誘を行っている。

3. 利用研究例：PU グループおよび PU が支援するグループによる最近の研究例を紹介する。

(a) 鉛フリー圧電セラミックスの変形機構の解明[1)]

新しく開発した鉛フリーの圧電材料 $BaTiO_3$–$Bi(Mg_{1/2}Ti_{1/2})O_3$–$BiFeO_3$ のセラミックスに電圧が印加されたときの巨視的歪みの発現機構を明らかにすることを目的とし、外部電圧を印加しながら格子歪みを明らかにするための回折実験を IP と MYTHEN を組み合わせて行った。通常の強誘電セラミックスでは分極反転により大きな巨視的歪みが発生するが、本研究のセラミックスでは格子そのものが柔軟に伸び縮みすることにより巨視的歪みが発生することが明らかとなった。

(b) 天然鉱物熱電変換材料の構造科学研究[2)]

天然鉱物として存在する熱電変換材 $Cu_{12}Sb_4S_{13}$ は T_{MST} = 85 K で金属半導体転移する。この相転移に伴う構造の変化を SPring-8 にて粉末および単結晶X線回折実験により調べた。その結果、相転移に伴い、Cubic から Tetragonal に構造変化すること、*a*、*b*、*c* 軸共に2倍の超格子反射が現れることが明らかになった。超格子反射の消滅則から T_{MST} 以下では体心格子を取ることがわかった。低温相ではツインとなり構造解析は不可能だったためこの時点までの構造情報を報告した。

(c) バジウムスピネル酸化物における軌道秩序と相転移[3)]

スピネル構造を持つバナジウム酸化物は温度変化に対して多段の相転移を示す。これらは構造の変化を伴った磁気秩序や軌道整列による相転移と考えられている。FeV_2O_4 や CoV_2O_4 およびこれらの置換体について配位多面体の歪みを精度良く観測することにより軌道状態を推測するために粉末結晶構造解析を行った。IP と MYTHEN による測定を組み合わせることにより、V^{3+}イオンの軌道整列と構造・磁気相転移の関係が明らかになった。

参考文献

1) "Electric field induced lattice strain in pseudocubic $Bi(Mg_{1/2}Ti_{1/2})O_3$–modified $BaTiO_3$–$BiFeO_3$ piezoelectric ceramics", I. Fujii, R. Iizuka, Y. Nakahira, Y. Sunada, S. Ueno, K. Nakashima, E. Magome, C. Moriyoshi, Y. Kuroiwa, and S. Wada, *Appl. Phys. Lett.* **108**, 172903 (2016).

2) "Metal–semiconductor transition in tetrahedrite $Cu_{12}Sb_4S_{13}$", H. I. Tanaka, K. Suekuni, K. Umeo, T. Nagasaki, H. Sato, G. Kutluk, E. Nishibori, H. Kasai, and T. Takabatake, *J. Phys. Soc. Jpn.* **85**, 014703 (2016)..

3) "Orthorhombic distortion and orbital order in the vanadium spinel FeV_2O_4", S. Kawaguchi, H. Ishibashi, S. Nishihara, S. Mori, J. Campo, F. Porcher, O. Fabelo, K. Sugimoto, J. Kim, K. Kato, M. Takata, H. Nakao, and Y. Kubota, *Phys. Rev. B* **93**, 024108 (2016).

P-088

Activities at BL02B1 in PU project 0078 for 2016

Aarhus University[1], Hiroshima University[2], University of Tsukuba[3]

Bo B. Iversen[1], Jacob Overgaard[1], Venkatesha Hathwar[1], Mattia Sist[1], Yoshihiro Kuroiwa[2], Eiji Nishibori[3]

1) Electron Charge Density of a Layered Transition Metal Dichalcogenide

We have been challenging to evaluate weak interactions e.g. in layered structures from experimental electron charge density. Layered transition metal dichalcogenides have attracted many interests due to their unique properties such as topological insulators, electrode materials for ion batteries and thermoelectric materials. We measured single crystal diffraction data of TiS2 to a resolution of $\sin\theta/\lambda = 1.67$ Å^{-1} at 20 K using 50 keV X-ray with the image plate detector at BL02B1 of SPring-8. The charge density was modelled with the extended Hansen-Coppens multipole model [1]. We will discuss the weak interlayer interaction and its effect on the properties based on the charge density.

2) Diffuse Scattering by Competing Soft Phonon Modes in $BaAl_2O_4$

The stuffed tridymite-type oxide $BaAl_2O_4$, which has a network structure with corner-sharing AlO4 tetrahedra, shows a structural phase transition at approximately TC = 400 K. The synchrotron radiation X-ray diffraction experiment for the BaAl2O4 single crystal reveals that two competing phonon modes at the M- and K-points soften simultaneously associated with the phase transition, and finally the superstructure by the phonon condensation at the M-point survives below TC. [2] The diffuse scattering is attributed to the structural fluctuation of the AlO4 tetrahedra. The structure models on the thermal motions related to the softening of the so-called rigid unit modes (RUMs) are proposed.

3) Low Temperature Structure of $Cu_{12}Sb_4S_{13}$

The tetrahedrite $Cu_{12}Sb_4S_{13}$ undergoes a metal-semiconductor transition (MST) at TMST = 85 K, whose mechanism remains elusive. We measured a temperature dependence of single-crystal X-ray diffraction data of $Cu_{12}Sb_4S_{13}$ at BL02B1 and BL02B2 SPring-8. The extra superlattice reflections were observed in the single crystal diffraction data at 20 K. The superlattice reflections were indexed by a body-centered 2a × 2a × 2c supercell. These observations demonstrate that the MST associates with the structural transformation. [3]

[1] A. Fischer et al. J. Phys. Chem. A 115, 13061 (2011).

[2] Y. Ishii, S. Mori, Y. Nakahira, C. Moriyoshi, J. Park, B. G Kim, H. Moriwake, H. Taniguchi, and Y. Kuroiwa, Two competing soft modes and an unusual phase transition in the stuffed tridymite-type oxide $BaAl_2O_4$. Phys. Rev. B 93, 134108 (2016).

[3] Hiromi I. Tanaka, Koichiro Suekuni*, Kazunori Umeo, Toshiki Nagasaki, Hitoshi Sato, Galif Kutluk, Eiji Nishibori, Hidetaka Kasai, and Toshiro Takabatake, Metal-semiconductor transition in tetrahedrite $Cu_{12}Sb_4S_{13}$. J. Phys. Soc. Jpn. 85, 014703 (2016).

P-089

スピントロニクスデバイスを基盤としたナノ計測技術の開発と物質・材料研究への展開

1 大阪大学大学院工学研究科, 2 名古屋大学大学院工学研究科, 3 大阪大学基礎工学研究科
4 産業技術総合研究所, 5 島根大学総合理工学部, 6 高輝度光科学研究センター
白土　優[1], 加藤剛志[2], 鈴木義茂[3], 三輪真嗣[3], 野崎隆行[4], 荒河一渡[5], 小谷佳範[6], 中村哲也[6]

本パートナーユーザー(以下, PU)課題は, 2014 年度の開始されたものであり, SPring-8 BL25SU(軟 X 線固体分光ビームライン)における軟 X 線ナノビームを用いたナノ磁気計測技術の開発と共に, 軟 X 線ナノビームを用いた先導的成果創出を主な目的としている. 特に, 軟 X 線に適した 3d 遷移金属が主たる機能を担い, また, ナノサイズの素子が主体となるスピントロニクス材料を主なターゲットとして, 軟 X 線ナノビームを用いたナノ磁気計測技術の開発を行っている. こうした目的の基, 前期 2 年間の PU 課題では, 2014 年A期においてϕ100 nm 径の軟 X 線ナノビーム化が完了し, 2014B 期以降, 低温, 磁場下での磁気イメージング, ならびに, 微細加工素子に対する XMCD イメージング技術の開発などを進め, 2016 年度より 2 年間の延長課題が開始された. 軟 X 線ナノビームを用いたナノ磁気解析は, これまで国外に限られてきたが, 本高度化により, 特に, 高い輝度を誇る SPring-8 において実施可能なナノ磁気解析計測基盤が整備されつつある.　本シンポジウムでは, 2015 年度に得られた主な成果の一つである, 低温, 磁場下での XMCD イメージングに基づく, 垂直交換バイアス薄膜の磁化過程観察結果を中心に, 最近の成果について報告する.

図1に, PU 代表者が中心的に研究を進めている Cr_2O_3 薄膜を用いた垂直交換バイアス薄膜の磁化過程を示す. 本薄膜は, Cr_2O_3の電気磁気効果によって交換バイアスの極性を電気的に制御できる薄膜であり, 次世代スピントロニクス素子の候補として期待されているものである. 図に示した結果は, 左右円偏光を固定して試料からの軟 X 線吸収強度の空間分布を測定し, 両円偏光の差分によって画像化した XMCD の空間分布である. (2014 年度開発技術. 測定方法の詳細は, Y. Shiratsuchi et al., AIMS Materials Science, 2, 484 (2015).を参照)　初期状態は, 室温で消磁した試料を零磁場下で消磁状態を保持したまま冷却したものとした(図 1(a)). 初期磁状態から磁場を上昇させると, 磁壁移動をともなって磁化は飽和する(図 1(b), (c)). 飽和後, 磁場を低下させると, 図 1(d), (e)の丸印で示したように, 反転磁区生成をによって, 磁区構造が回復する. その際, 反転磁区生成後の磁壁移動は観察されなかった. 磁場を除荷後の磁区構造(図 1(f))は, 初期状態(図 1(a))と一致しており, また, 別途測定した磁化曲線(右挿入図)には, 正負の交換バイアスが同時に観測されることから, 交換バイアスの極性が各磁区ごとに決定されていることを示唆している.

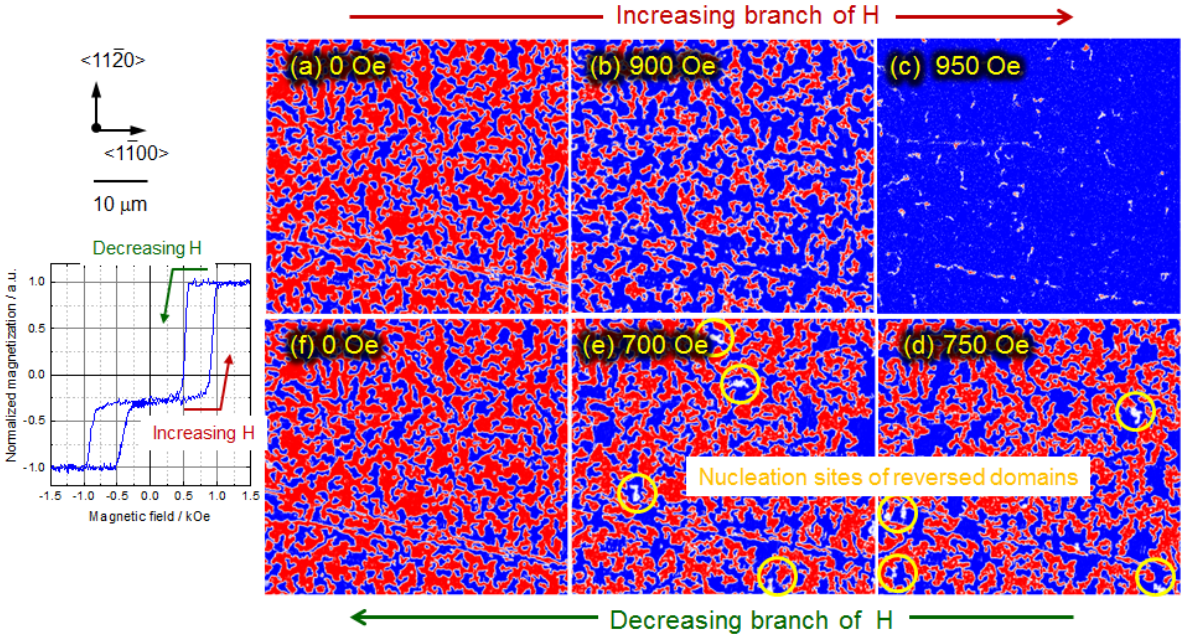


図 1　Pt/Co/Spacer/Cr_2O_3/Pt 垂直交換バイアス薄膜の磁化過程

P-090

大容量高圧装置を活用した地球および関連物質の高温高圧物性研究の推進

愛媛大学・地球深部ダイナミクス研究センター
入舩徹男、井上徹、西原遊、大内智博、西真之、グレオ・スティーブ、國本健広

我々は、BL04B1 に設置のマルチアンビル装置と放射光 X 線を組み合わせた実験に基づき、地球深部の温度圧力条件に相当する極限条件下での鉱物の密度・弾性・粘性などの物性測定を行ってきた。それに加え、高温高圧下においてのみ合成可能な新奇超硬物質の探査を行ってきたほか、さらなる高温高圧発生技術の開発を行ってきた。

本課題がパートナーユーザー課題として採択された 2015 年度以降、ナノ多結晶体ダイヤモンドやバインダレス炭化タングステンなどの新素材を利用した、超高圧発生技術の開発を行ってきた。その結果、焼結ダイアモンドアンビルと一般的な川井型セルを組み合わせた圧力発生記録としては世界最高記録である、Tange et al. (2008)による 80GPa (深さ～2400km に相当) に類する圧力発生が可能になりつつある。加えて、炭化タングステンアンビルを用いた圧力発生としては世界最高記録である、40GPa (Ishii et al., 2016) と同等の圧力発生が我々のグループでも発生可能となった。

このほか、本課題では、地球深部構成鉱物の（1）弾性波速度精密決定、（2）相転移や融点の精密決定、（3）流動特性及び半脆性特性の解明を特に重点的に行ってきた。特に上部マントルの主要構成鉱物であるカンラン石の流動支配メカニズムに関する研究では、カンラン石の流動支配メカニズムが粒界すべり機構であり、過去の実験結果より推定されてきた、転位クリープではないことが明らかとなった (Ohuchi et al., 2015)。この結果より、上部マントル粘性の観測結果と実験結果の長年の不一致が解消されるといった成果が得られたほか、上部マントルの大部分は水に乏しいことが推定される。

以上のほか、下部マントル主要構成鉱物であるブリッジマナイトの弾性波速度測定や内核の主要構成鉱物であるイプシロン鉄の地震波速度異方性測定、下部マントルにて安定的に存在する phase-H 固溶体の物性測定が行われており、それらの結果についても報告する。

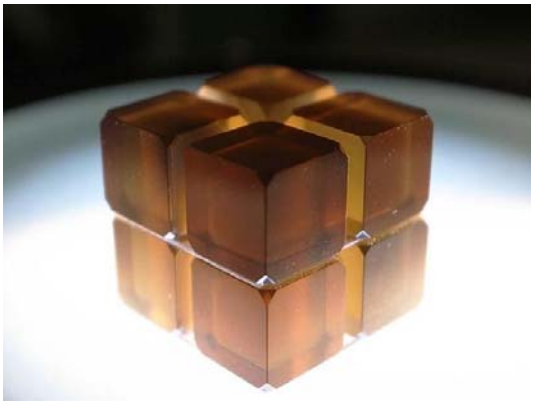


図 1. 愛媛大 GRC において開発された、ナノ多結晶体ダイヤモンドより作成された高圧発生用アンビル

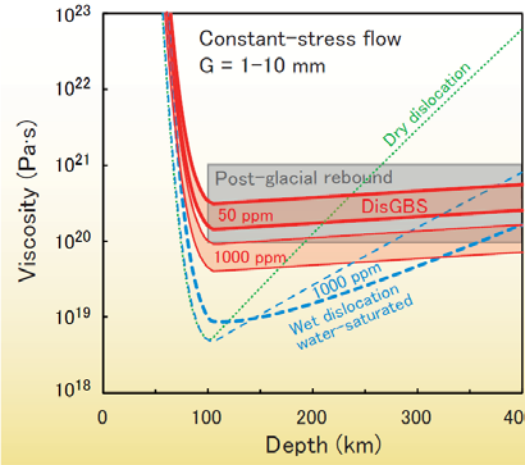


図 2. カンラン石の変形実験の結果より推定される、上部マントル粘性の深さ依存性。カンラン石の粒界すべり機構(DisGBS)の場合であれば、観測結果(Post-glacial rebound)をよく説明することができる。一方、転位クリープ(Dry dislocation)の場合では、観測結果を説明することは難しい。

参考文献

1) Tange, Y., Irifune, T., Funakoshi, K. (2008) High Pressure Research 28: 245–254.
2) Ishii, T., Shi, L., Huang, R., et al. (2016) Rev. Scientific Instru. 87: 024501.
3) Ohuchi, T., Kawazoe, T., Higo, Y., et al. (2015) Science Advances 1: e1500360.

P-091

超高圧下におけるマントル・コア物質の融解相関係の決定

[1]東京工業大学・[2]理研・[3]JASRI
廣瀬敬[1]、中島陽一[2]、大石泰生[3]

われわれのグループは「極細X線ビームを使った超高圧高温下の物性測定」と題したパートナーユーザー課題をBL10XU にて遂行中である。主にレーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いて、試料を高圧高温状態にし、X 線回折測定法によって構造を決定するのと同時に、融解温度・相関係・電気抵抗・弾性波速度・圧縮率などの物性を測定しようとするものである。本発表では、そのうち特に融解相関係について報告する。

地球形成時、地球はマグマの海（マグマオーシャン）に覆われていたとされる。そのようなマグマオーシャンは地球のマントル全域に渡っていた、つまりマントルがすべて溶融していた可能性が高いとされている。そのようなマグマオーシャンがどのように固結したのか、は地球マントルの出発点を理解する上で極めて重要である。またマグマオーシャンの名残（少量のマグマ）が現在でもマントルの底に存在し、地震波の超低速度領域になっている可能性も指摘されている。その実態を理解する上でも、マグマオーシャンの固結プロセスを理解する必要がある。加えて、地球コアは現在でも、体積にして95%が液体の外核であり、中心に固体の内核を結晶化させつつある。コアは、その化学組成や構造を含め、多くの謎が残されている。内核の結晶化プロセスを理解することはそれら重要な問題の解決の重要な糸口になり得る。

そこでわれわれは、マントル物質およびコア物質（鉄合金）の融解温度と融解相関係を超高圧下で決定することを試みている。融解相関係については、エックス線回折データのみならず、微小な回収試料の収束イオンビーム装置と電子顕微鏡を使った組織観察・微小領域化学組成データを使って、より正確な決定を目指している。発表当日は、その詳細について議論する。

P-092

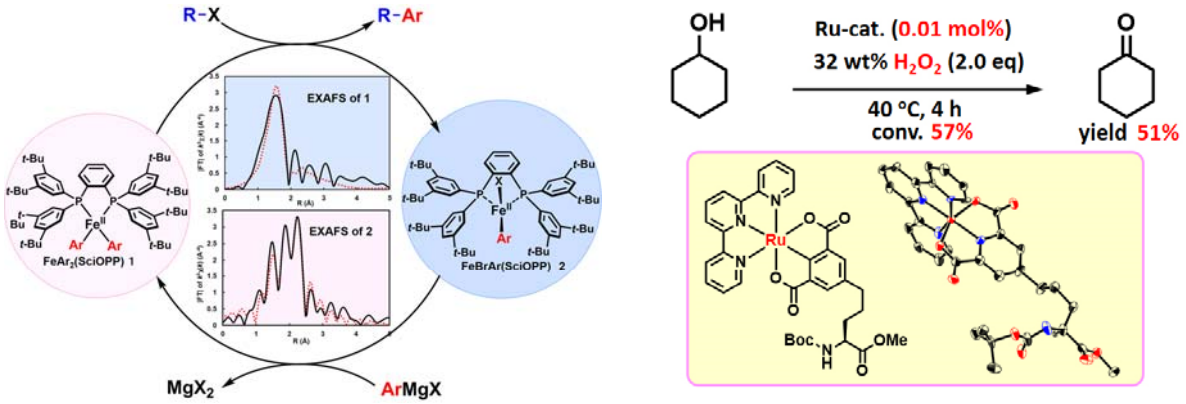
普遍元素を用いる高機能触媒の創製：先端放射光技術の包括的利用に立脚した触媒元素戦略の実現

[1] 京都大学化学研究所, [2] 大阪大学基礎工学研究科, [3] 東京工科大学工学部, [4] 九州大学先導物質化学研究所, [5] CREST
[1] 高谷　光, [1] 磯崎　勝弘, [1,5] 岩本　貴寛, [1] 中村　正治, [2] 満留　敬人, [3] 原　賢二, [4,5] 永島　英夫

近年，Pd, Pt, Rh, Ru 等の希少・貴金属触媒を利用する現行の化学プロセスを，Fe, Mg, Al 等の地殻含有量の大きな普遍元素や，地殻含有量が大きな（～ppm）Mn, Co, Ni, Cu 等の 3d 金属元素で代替する「元素戦略」に則った新しい触媒システムの創製が喫緊の課題となっている。本研究課題では，SPring-8 の先端放射光技術の多角的かつ集約的な利用によって，元素戦略に則った新しい触媒システム創成の推進を目的とした研究を行う。

触媒元素戦略において重要性の高い 3d 金属元素から合成された錯体触媒は，酸素や水分，熱に対して不安定であるだけでなく，一般に常磁性を示すため溶液NMR 等の従来の分光学的手法による分子構造解析は極めて困難である。申請者らは3d金属の中でも特に普遍性の高いFeを利用し触媒開発に注力した研究を進めてきた。その過程において，1）常磁性のために従来の溶液 NMR では困難な反応溶液中の触媒中間体の同定と構造研究に BL14B2 における溶液 XAFS が極めて有効な手法となること，また2）BL02B1 および BL40XU における微小結晶の迅速単結晶X線構造解析が単離した不安定 Fe 触媒中間体の精密分子構造の決定に有効な手段となりうること，さらに3）上記溶液 XAFS のノウハウを活用することで，BL27SU を利用した溶液軟X線 XAS による Fe 触媒中間体の L-edge XAFS に基づく Fe 触媒中間体の 3d 電子構造解析が可能であることを明らかとしている。そこで，本提案課題では BL14B2 での溶液 XAFS による触媒中間体の同定・構造推定を基軸として，BL02B1，BL40XU での迅速微小単結晶解析および BL27SU での軟 X 線 XAFS による d 電子構造解析というビームライン横断型の包括的放射光利用に立脚した触媒研究を行う。これによって，Fe をはじめとする常磁性 3d 金属の錯体触媒および触媒中間体に関する構造・物性研究ならびに反応機構研究の飛躍的な推進を成し遂げ，触媒設計に必要な基礎的知見を産学両分野に提供したい。尚，有機溶媒中に溶解した金属錯体の構造決定を基軸として，錯体分子そのものの電子状態や反応性を包括的かつ定量的に解き明かすことのできる本手法は，3d 金属に限らず遷移金属全般に有効な普遍的手法である。従って，本手法を応用することで既存の貴金属触媒反応（Pd, Pt, Rh, Ru）における未解決の諸問題についても一気に解決されるなどの波及効果が期待され，実際に本課題において鉄に次いで酸化活性の高い Ru 触媒を用いる酸化触媒反応の精密な機構決定に成功した（図1右）。

図1　本課題で解明された鉄クロスカップリング反応機構[1]および Ru 触媒を用いる環境調和型酸化反応[2]



参考文献
1. Takaya, H.; Nakajima, S.; Nakagawa, N.; Isozaki, K.; Iwamoto, T.; Imayoshi, R.; Gower, N.; Adak, L.; Hatakeyama, T.; Honma, T.; Takagaki, M.; Sunada, Y.; Nagashima, H.; Hashizume, D.; Takahashi, O.; Nakamura, M., Bull. Chem. Soc. Jpn. 2015, 88, 410–418, (BCSJ Award 受賞)
2. Isozaki, K.; Yokoi, T.; Yoshida, R.; Ogata, K.; Hashizume, D.; Yasuda, N.; Sadakane, K.; Takaya, H.; Nakamura, M. Chem. Asian J. 2016, 11, 1076–1091 (back cover picture)

P-093

メガバール超高圧物質科学の展開

大阪大学 基礎工学研究科 附属極限科学センター
清水 克哉

本研究は、メガバール（=1 Mbar は、106 気圧=100 万気圧）を超える圧力領域の物質科学を新展開させると同時に、これまで為し得なかった物質創造に挑戦する、科学研究費補助金（特定領域研究）「超高圧力下の新物質科学:メガバールケミストリーの開拓」（H26～30）の研究推進に不可欠な超高圧力下の構造科学の推進を目的とする。

これまで発展させてきた高圧力下の物質研究を強化して、超高圧の世界に隠されている新奇物性を解き明かし、新現象や新物質を創成し、革新的な材料開発につながる新しい固体物理の構築につなげる。我々は圧力下において非金属体が金属化する圧力誘起金属化や、非超伝導体が超伝導体化するなどの効果を明らかにしてきた。しかし、メガバール領域では典型的な金属と考えられるリチウムが絶縁体化する (T. Matsuoka and K. Shimizu, Nature 458, (2009) 186) などの発見を通じて、メガバールの超高圧力は、もはや単純に原子間距離を縮めるだけの効果ではなく、電子軌道を変化させ、原子のネットワークを組み替え操作する「超高圧化学」すなわち、メガバールケミストリーの領域に入ろうとしていると着眼して本研究課題を立案した。本研究課題では、特別推進研究の実施計画に基づき、シンプルなシステムと機能性物質に焦点をしぼり、以下の３項目を目的とする。

項目 A「水素をはじめとしたシンプルなシステムの超高圧物性」
（1）液体水素の金属相の探索、（2）リチウムの再超伝導化の検証、（3）軽ハロゲンの超伝導探索、
（4）超高圧下構造物性の理論的解明

項目 B「超高圧合成による機能性物質のフロンティア」
（1）炭素の金属化探査、（2）ダイヤモンドフィルムの作成

項目 C「革新的な高圧実験技術および理論計算手法の開拓」
（1）4 メガバールを超える超高圧技術開発、（2）高温高圧力下の X 線、電気抵抗、及びラマン分光の同時計測の開発、（3）第一原理電子状態計算を用いたコンピュータ・シミュレーション開発

2014 年 12 月に Eremets らが報告した 200 K の高温超伝導 [1] は、高圧力下ではあるものの、20 年間以上停滞していた超伝導転移温度の最高温度の記録を大幅に更新した。この硫化水素の加圧によってえられた超伝導の正体は何なのか（そもそも本物なのか）を明らかにすべく、再現実験が求められてきたが、本稿の執筆までに超伝導転移を追試した実験結果は、我々のグループによる実験に限られているようである。その一方で、理論計算 [2] は発見当初より研究が非常に盛んになり、その結晶構造や超伝導転移温度は実験結果をよく説明するものが多く報告されてきている。

我々は、これまでに 3 つの再現実験を行った。(1) Eremets らがセットした試料の入った高圧装置を、阪大の冷凍機および電気抵抗測定装置を用いて電気抵抗の温度依存性を測定して、文献 1 と同じ結果を得た。(2) この Eremets らの試料を SPring-8 において結晶構造を測定したところ、超伝導転移温度前後における結晶構造は、Cui らの理論 [3] した結晶構造を再現しており、硫黄原子が体心立方で配置する構造であることが分かった [4]。(3) 我々が独自にセットした試料においてもややブロードながら約 180 K のオンセットをもつ超伝導転移が確認された。これらの追試の現状をあわせて、硫化水素を加圧して現れる高温超伝導について紹介する。

参考文献

1) A. Drozdov et al., arXiv:1412.0460 (2014), arXiv:1506.08190 (2015), Nature 525, 73 (2015).
2) Y. Li et al., J. Chem. Phys. 140, 040901 (2014) , I. Errea et al., Phys. Rev. Lett. 114, 157004 (2015) など.
3) D. Duan et al., Sci. Reports 4, 6968 (2014).
4) M. Einaga et al., arXiv:1509.03156v1 (2015), Nature Physics (2016) doi:10.1038/nphys3760.

P-094

Crystallographic Characterization of Extraterrestrial Materials by Energy-Scanning X-ray Diffraction.

Kenji Hagiya[1], Takashi Mikouchi[2], Kazumasa Ohsumi[3], Yasuko Terada[3], Naoto Yagi[3], Mutsumi Komatsu[4], Shoki Yamaguchi[1], Arashi Hirata[1], Ayaka Kurokawa[1], Michael E. Zolensky[5] (Principal Investigator). [1]Graduate School of Life Science, Univ. of Hyogo (Japan), [2]Univ. of Tokyo (Japan), [3]JASRI (Japan), [4]SOKENDAI (Japan), [5]NASA-JSC (U.S.A.)

Introduction: We have continued our long-term project using X-ray diffraction to characterize a wide range of extraterrestrial samples. The stationary sample method with polychromatic X-rays is advantageous because the irradiated area of the sample is always same and fixed, meaning that all diffraction spots occur from the same area of the sample, however, unit cell parameters cannot be directly obtained by this method though they are very important for identification of mineral and for determination of crystal structures. In order to obtain the cell parameters even in the case of the sample stationary method, we apply energy scanning of a micro-beam of monochromatic SR at SPring-8.

Results: The following a brief summary of a few of our research topics. C-Class Asteroid Samples: We have been analyzing the crystal structure of secondary minerals in brecciated meteorites from C-class asteroids, including Kaidun, Jbilet Winselwan, and Sutter's Mill [1]. These are very unusual because they are the only samples we have of hydrous, very reduced astromaterials, giving us a unique ability to determine the physico-chemical conditions of aqueous alteration on primitive asteroids. This material is the best available match to probable building blocks of the terrestrial planets, a preview of material that will be returned from Asteroid Ryugu by the Hayabusa2 Spacecraft. Samples of early solar system hydro-volcanism: Crystal structures of mineral grains separated from within salt crystals found in ordinary chondrite meteorites [2]. These are derived from the mantle of a hydro-volcanically active early solar system body – possibly dwarf planet Ceres. These analyses are critical to understanding the results of NASA's Dawn Mission to Ceres, and are our only samples of hydrous volcanism. This far we have been able to make very accurate cell dimensions of olivine and low-Ca pyroxene and assess the shock state of the solids erupted along with the brine fluids. Hayabusa Mission Samples: We are trying to determine thermal metamorphic peak equilibration temperatures for Itokawa's parent asteroid using the low-calcium pyroxene structure, and albite structures. Also we are determining the shock state of the minerals, to better understand asteroid-asteroid interactions. Zolensky was one of only 3 foreign participants in the preliminary examination (PET) of the returned asteroid Itokawa samples. The results from our study of Itokawa sample 49-1 are very interesting, since this particular sample was essentially unshocked, despite the fact that the vast majority of the returned Itokawa samples have a record of moderate shock deformation [3]. Ordinary Chondrite Meteorites: The Itokawa samples returned by the Hayabusa Spacecraft are almost identical to the LL ordinary chondrite meteorites. We are examining the impact shock records of LL chondrite meteorites [4]. For example, for the Chelyabinsk meteorite the shocked phases have witnessed repeated parent body shock metamorphic events whose timings have been measured by several radiogenic methods. Thus our work is critical to understand what the dates actually represent.

References: [1] Zolensky et al. (2016) *47th Lunar Planet. Sci. Conf. Abstracts*; [2] Zolensky et al. (2015) *Abstracts, 78th Annual Meeting of the Meteoritical Society*; [3] Mikouchi et al. (2014) *EPS* **49**, 1305-1314; [4] Takenouchi et al. (2015) *46th Lunar Planet. Sci. Conf. Abstracts.*

P-095

放射光メスバウア分光法とXRDを用いた地球内部物質中の鉄の電子状態

1 東北大学、2 JASRI、3 金沢大学、4 京都大学原子炉実験所、5 量子科学技術研究開発機構、6 NIMS

鎌田誠司[1]、鈴木那奈美[1]、前田郁也[1]、久我柊子[1]、平尾直久[2]、大谷栄治[1]、浜田麻希[3]、大石泰生[2]、増田亮[4]、三井隆也[4]、中野智志[5]

地球は図1に示したように、表層から地殻、上部マントル(UM)、マントル遷移層(MTZ)、下部マントル(LM)、外核(OC)、内核(IC)と層構造をもつ。地殻やマントルはケイ酸塩や酸化物からなり、核はおもに鉄からなる。地球内部にはケイ酸塩や酸化物、金属として鉄が多く存在する。ケイ酸塩中の鉄の電子スピン状態によって物質の弾性的性質が変化したり、鉄の価数が分かれば地球内部の酸化還元状態を知ることができる[1]。また、鉄は常圧下では磁性を持つが、高圧下では磁性を持たない。また不純物の存在によってもその性質が異なる。このような鉄の酸化状態や磁性を知ることは地球内部を知るためには重要なことである。このような鉄の電子状態を知る方法としてメスバウア分光法が用いられてきており、Coを線源とした手法が用いられてきた。しかしながら、地球内部条件を再現する場合は試料サイズが非常に小さいため放射光の利用が必須である。本研究では、放射光メスバウア分光法に加えて、結晶構造を知るためにX線回折を同時に行える光学系の設置を行った[2]。

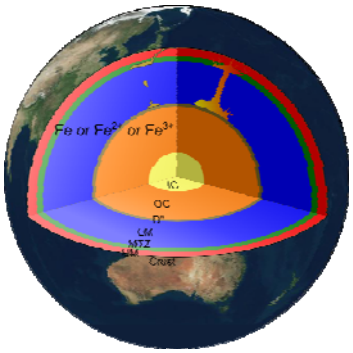


図1. 地球内部の模式図.

現在までにビームラインBL10XUに従来のX線回折光学系に加えて、放射光メスバウア分光システムを導入した。これまで200 GPaを超える条件までスペクトルを得ることに成功した[3]。試料としては、^{57}Feに富化させたFe-Si合金、(Mg,Fe)O、Fe_3S、FeO、2価鉄に富んだMORBガラスや3価鉄に富んだMORBガラスを高圧力下で測定した。X線回折も行い、結晶構造も同時に情報を得ている。圧力決定や結晶構造決定などに用いており、例えばFe-Si合金はbcc構造からhcp構造への相転移に伴い磁性が失われることが観察された。さらに外熱型ダイヤモンドアンビルセルを用い、600 Kまでの高温メスバウア測定を行った。これまでは室温高圧下での測定や外熱セルを持用いた高温高圧下での測定を行なってきたが、2015B期にはレーザーを用いた加熱試料の高温高圧下での測定をテストした。我々が進めてきた研究によって実際の地球内部条件を再現する温度圧力条件での測定が可能となりつつある。本ポスター発表ではこれまでの研究成果を紹介する。

参考文献

1) Lin, J.F., Alp, E.E., Mao, Z., Inoue, T., McCammon, C., Xiao, Y., Chow, P., Zhao, J. Electronic spin states of ferric and ferrous iron in the lower-mantle silicate perovskite. American Mineralogist, 97, 592–597, 2012.

2) 平尾直久, 大石泰生, 三井隆也, 浜田麻希, 松岡岳洋, 鎌田誠司, 大谷栄治,「高圧下における放射光 X 線回折・メスバウアー分光複合同時測定法の開発」, 2C08, 第54回高圧討論会, 新潟, 2013年11月15日.

3) Hamada, M., Kamada, S., Ohtani, E., Mitsui, T., Masuda, R., Sakamaki, T., Suzuki, N., Maeda, F., Akasaka, M. Magnetic and spin transitions in wüstite: A synchrotron Mossbauer spectroscopic study, Physical Review B, 93, 155165, 2016.

P-096

Laryngeal closure at birth in premature rabbit kittens

Jessica R. Crawshaw[1,2], Marcus J. Kitchen[3], Megan J. Wallace[1,2], Lauren T. Kerr[1,2], Arjan Te Pas[4], Charles C.Roehr[5] Katie L. Lee[3], Genevieve A. Buckley[3], and Stuart Hooper[1,2]

[1]The Ritchie Centre, The Hudson Institute of Medical Research, Melbourne, Australia. [2]Department of Obstetrics and Gynaecology and [3]School of Physics, Monash University, Melbourne, Australia. [4]Division of Neonatology, Department of Pediatrics, Leiden University Medical Center, Leiden, 2300 RC, the Netherlands. [5]Newborn Services, John Radcliffe Hospital, Oxford University Hospitals, United Kingdom;

Background: Non-invasive respiratory support (nIRS), applied via a face mask, is the first choice for respiratory support at birth for preterm infants. nIRS, avoids intubation and mechanical ventilation, which are known to be injurious to the lungs of preterm infants. However, between 40-60% of preterm infants receiving nIRS, require subsequent intubation and mechanical ventilation, and the reasons are unknown. We postulate that the larynx is adducted at birth and only opens during a breath, which obstructs non-invasive intermittent positive pressure ventilation (iPPV). To investigate this, we have imaged the larynx at birth in preterm rabbits (29-30 days gestation) receiving nIRS.
Method: Synchrotron-based phase contrast X-ray imaging was used to image the larynx and lungs in preterm rabbit kittens immediately after birth and at one hour of life. Kittens were delivered by C-section, a face mask was secured and imaging commenced whilst receiving nIRS. Images were analysed to determine the proportion of time the glottis and epiglottis were open.
Results: Immediately after birth the glottis and epiglottis were open 30.5±1.2% and 19.5±1.3% of the time, respectively, mainly coinciding with a breath. At one hour after birth the glottis and the epiglottis were open 90.5±1.9% ($p<0.0001$) and 72.3±2.3% ($p<0.005$) of the time, respectively, closing only during swallowing and respiratory braking manoeuvres.
Conclusions: At birth, the larynx of preterm rabbit kittens is predominantly closed which prevents iPPV from ventilating the lung. It then switches to predominantly open within the first hour of life.

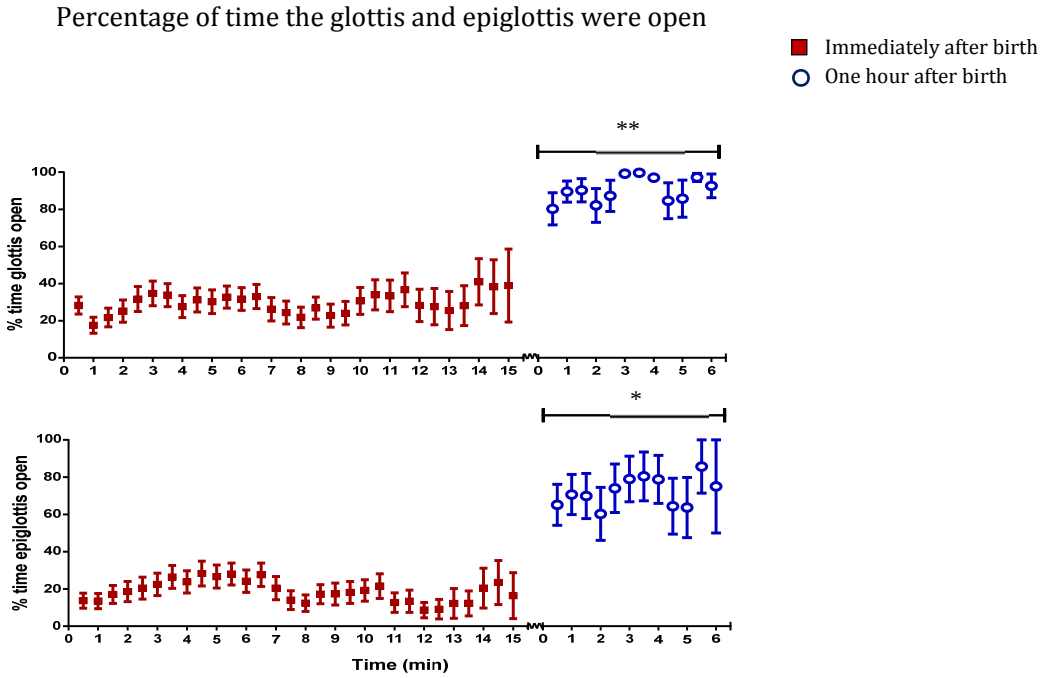


Fig.4 Percentage of time the glottis (a) and the epiglottis (b) are open over the first 15 minute of life (■) and after the first hour (○). After the first hour of life the glottis and the epiglottis were open for a significantly greater percentage of the time (* $p<0.005$, ** $p<0.0001$).

P-097

グリーンナノエレクトロニクスのための材料・プロセスインテグレーション ~超低消費電力次世代トランジスタ開発~

研究代表者: 名古屋大学 大学院工学研究科 宮崎 誠一

共同実験者: 池永 英司（高輝度光科学研究センター）、大田 晃生、牧原 克典、黒澤 昌志、竹内 和歌奈、坂下 満男、中塚 理、財満 鎮明（名古屋大学）、澤野 憲太郎、野平 博司（東京都市大学）、村上 秀樹（久留米高専）

スマートフォンやタブレット等の携帯情報端末の普及、クラウドコンピューティングやソーシャルメディアに代表される新たなICT技術の浸透・高度化に伴って、より安全で快適なネットワーク社会への進化が強く求められている。その一方で、ICT 機器・インフラの拡充による消費電力の激増が大きな社会問題となっている。これを抜本的に打開するには、ICT 機器の主要構成部品である大規模集積回路（LSI）の消費電力および発熱量を低減する技術の確立が急務である。とりわけ、LSI の基本素子である金属-絶縁膜-半導体電界効果トランジスタ（MISFET）の開発では、低消費電力化と高性能化の両立が強く求められている。現在では、従来の幾何学的な微細化スケーリング（素子サイズの縮小）による MISFET の性能向上は極限に達しており、材料固有の物性が性能限界を決定する主要因となっている。そこで、更なる高集積化・高性能化を図るために、新たな電子材料・技術を導入した等価的なスケーリングや立体構造トランジスタの開発・実用化が進められている。

新材料・新構造導入による超低消費電力・高電流駆動力を最大限に引き出すためには、デバイスを構成する電子材料固有の物性の本質的な理解と、異種材料界面で生じる化学反応の精密制御技術を確立する必要がある。本長期利用課題では、MISFET の低消費電力化・高性能化の要となる新規チャネル候補である Ge 系半導体が主な評価対象であり、次世代の材料プロセス技術の開発に指針を与える各種物性メカニズムの解明を目的とし、BL47XU に設置されている硬 X 線光電子分光(HAXPES)を活用し、多層構造や微細構造における化学結合および電子状態の精密評価を推進した。これまでに、以下の成果が得られた。

- 金属／Ge コンタクトにおいて、フェルミレベルピニング現象によってショットキー障壁高さを任意に制御できないことが課題である。エピタキシャル GeSn 界面層を Ge と金属との間に挿入することで、ショットキー障壁高さを制御できることを明らかにしてきたが、その起源についてはまだ理解が進んでいない。そこで、Al／$Ge_{1-x}Sn_x$／n-Ge と Al／$Ge_{1-x}Sn_x$／p-Ge 構造試料を作製し、HAXPES によって Al1s および Ge2p コアスペクトルを高いエネルギー分解能で測定し、それらのエネルギーシフト差から金属／Ge コンタクト付近のエネルギーバンド構造を評価した。なお、Sn 組成（x）は 0%から 58%とした。その結果、GeSn 界面層によって、ショットキー障壁高さを 0.15 eV 程度の変調が期待できることが明らかになった。（関連発表は、2015 International Conference on Solid State Device and Materials (2015 年 9 月＠札幌)で発表）

- 高輝度硬 X 線による微量元素の定量ができる HAXPES を用いて、Ag(111)／Si(111)および Ag(111)／Ge(111)構造において、熱処理による Ag 表面に Si や Ge 極薄膜の析出や形成を系統的に調べ、高移動度チャネル材料として期待される新奇二次元物質合成方法の指針を得た。共晶点(Ag-Si 系 845°C、Ag-Ge 系 651°C)以下の熱処理で Ag 表面に数原子層に相当する Si や Ge 極薄膜が形成することを明らかにし、形成された Si や Ge 極薄膜の酸化の抑制には AlO_x キャップ層（膜厚: 5 nm）が有効であることを見いだした。（関連成果は、ICSPM23 (2015 年 12 月＠札幌) および ISPlasma2016/IC-PLANTS2016 (2016 年 3 月＠名古屋)で発表）

- 選択的なイオン注入によって作製された数～数十 μm の幅のストライプ形状を持つ一軸性歪み Ge 試料（Ge(10nm)／$Si_{0.2}Ge_{0.8}$(60-100nm)／Ge 構造）における化学結合状態を、K-B ミラーを用いた HAXPES により高空間分解能分析した結果、歪み Ge の Ge2p の結合エネルギー変化は、ストライプ周期と一致した。これは、歪みが Ge2p の結合エネルギーに影響を及ぼすことを示唆している。（関連成果は、2016 年 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会で発表予定）

謝辞＞本発表は、長期利用課題(BL47XU, 課題番号 2014A0109 - 2016A0109)で得られた成果であり、各グループの教員・学生諸子に感謝致します。

P-098

P 型 ATPase の結晶構造解析

東京大学分子細胞生物学研究所
金井隆太、小川治夫、椛島佳樹、豊島近

全ての生物は恒常性維持のために細胞内外にイオンの濃度勾配を形成し、ポテンチャルエネルギーとして、あるいは一過的なシグナルとして利用したりする。P 型 ATPase であるイオンポンプは ATP を利用して、燐酸化の過程で細胞内から細胞外あるいは内腔側に、脱燐酸化の過程で細胞外あるいは内腔から細胞内にイオンを能動輸送する膜蛋白質である。イオンポンプがどのように ATP の化学エネルギーを利用してイオンを選択的に、かつ濃度勾配に逆らって輸送するのか、という問いは半世紀以上にわたって研究者を魅了し続けている大きな謎である。我々の研究室はイオンポンプによる能動輸送の原子分解能での完全な理解を目指して、2000 年に世界に先駆けて Ca^{2+}ポンプの原子構造を発表した[1]。以来、SPring8 のビームライン BL41XU を利用して、これまで筋小胞体 Ca^{2+}ポンプ SERCA1a の 10 種類以上の状態の結晶構造を決定し、Ca^{2+}ポンプの反応サイクルにおける構造変化を詳細に明らかにした(下図)[2]。また、医学的により重要な Na^{+}ポンプ(Na^{+},K^{+}-ATPase)の K^{+}結合状態、Na^{+}結合状態、ウアバイン結合状態などの結晶構造も決定し、Na^{+}ポンプの本体であるαサブユニットの全体構造は Ca^{2+}ポンプと比較的似ているにもかかわらず、そのイオン選択性と輸送のメカニズムは大きく異なることを明らかにした[3-6]。

現在、我々は引き続き、Ca^{2+}ポンプと Na^{+}ポンプの反応サイクルの完全な理解に向けて、さらなる中間状態の結晶化、構造決定に取り組んでいる。また、最近ではそれらに加えて、より医学的に重要な、異なる種類の Ca^{2+}ポンプやその調節蛋白質の大量生産と結晶構造解析、薬剤開発に向けた、Na^{+}ポンプと様々な強心配糖体との結晶構造解析、またイオンポンプ結晶中の脂質二重膜の可視化など、広く展開している。今後、より広い範囲でイオンポンプを理解できるだけでなく、産業的にもより有用な構造情報を提供できるであろう。本発表では我々の研究室の最近の取り組みを中心に報告したい。

(参考文献)

1) Toyoshima, C., et al. (2000) *Nature,* **405,** 647-55.
2) Toyoshima, C., et al. (2009) *BBA.,* **1793,** 941-6.
3) Shinoda, T., et al. (2009) *Nature,* **459,** 446-50.
4) Ogawa, H., et al. (2009) *PNAS,* **106,** 13742-7.
5) Kanai, R., et al. (2013) *Nature,* **502,** 201-6.
6) Ogawa, H., et al. (2015) *Nat.Commun.,* **10,** 8004.

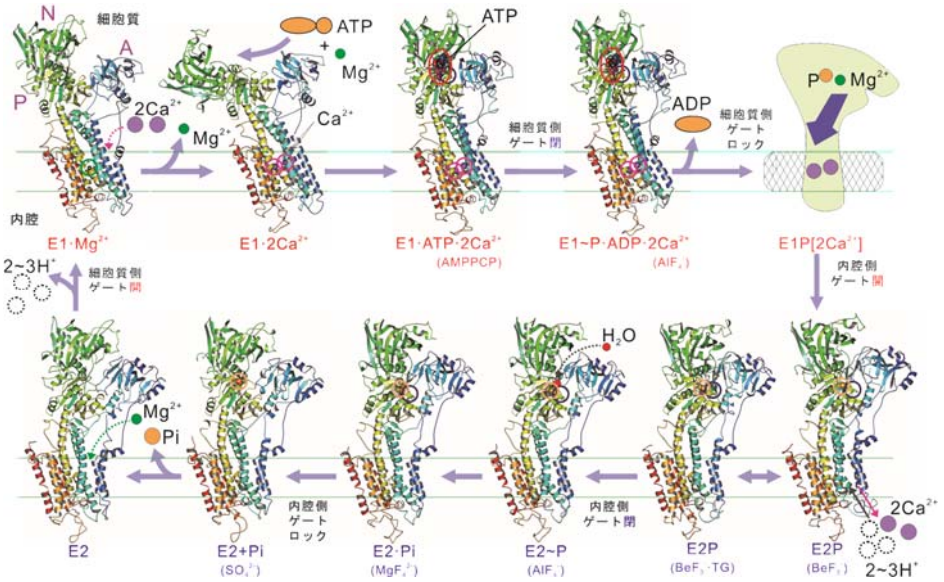


Fig. Ca^{2+}ポンプの反応サイクルと我々が決定した結晶構造

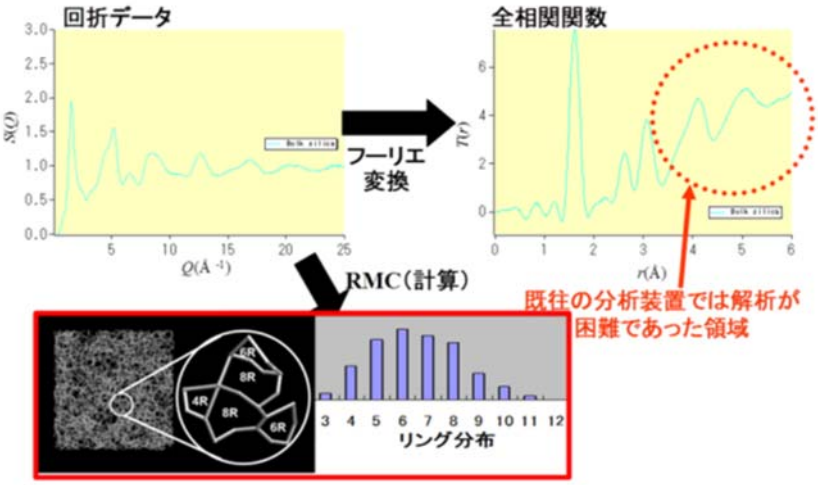
P-099

革新的機能性ゼオライトの設計を目的とした生成メカニズムの時分割原子・ ナノスケール解析
(Time resolved analysis of zeolite formation mechanism at atomic and nano scales: Towards the design of novel functional zeolites)

脇原徹(実験責任者:東京大学)、山田大貴（東京大学）、飯田剛之(東京大学)、助永壮平(東北大学)、稲垣怜史(横浜国立大学)、津野地直(広島大学)、田原周太(琉球大学)

ゼオライトは持続的社会の形成のために大きく貢献するキーマテリアルといっても過言ではなく、今日では年間100 万トン以上製造されている。さらに、ゼオライトの特性が触媒プロセス、工業プラントの性能・サイズなどを決定しており、その波及効果は極めて大きい。ゼオライトは主に構造規定剤含有アルミノシリケート非晶質を水熱条件下での加熱による結晶化により得られるが、出発物質が非晶質であることから、その生成過程は十分に解明されておらず、経験則に基づいたトライアルアンドエラー的なアプローチにより新規材料合成が試みられてきた。今後、こういった材料開発において日本が世界を先導する立場をとるためには、その生成過程を原子・ナノスケールで調べることにより、構造規定剤や構成元素の役割を明確にし、得られた情報に基づいた設計を試みる必要がある。以上の目的を達成するためには、回折パターンのブラッグピークの有無にかからず、原子・ナノスケールにおける構造情報が直接観測できる、X 線二体分布関数(PDF)解析およびその情報に基づいた構造モデリングによる 3 次元構造解析を時分割で行う必要がある。SPring-8 の特徴である 60keV 以上の高エネルギーX 線を用いれば、世界最高レベルの PDF データを取得することができるため、これを最大限に生かした長期課題を行うこととなった。

本長期課題では、放射光高エネルギーX 線全散乱測定を軸としたゼオライト合成原料(非晶質) の結晶化過程を時分割測定により理解することが第一の目的とする。また、第二の目的として既往の合成手法に加え、セラミックプロセッシングを応用したプレ及びポスト処理を行うことにより、今までに報告例のない新しい組成をもつゼオライトを創造し、新規反応を実現するゼオライト、高触媒活性・高耐熱・水蒸気性を併せ持つゼオライトを自在設計するための基盤技術を創出することにある。



現在までに、分子動力学法と放射光 X 線の散乱パターンの情報を組み合わせることで、ゼオライトの合成前駆体や、同様の組成を有するガラスのモデルを３次元的に高い精度で構築する手法を確立することに成功している。本シンポジウムにおいてはその成果に関して報告を行う。本手法を用いることで今までにない精度で構造解析が進み、ゼオライト合成における構造規定剤や構成元素の役割が明確になること、さらにはその知見を生かし自在なゼオライト合成を実現することが期待される。

P-100

量子ビーム実験・理論計算とデータ科学の融合による非晶質物質の体系的な理解

小原真司（国立研究開発法人物質・材料研究機構）

物質は、合成条件により様々なふるまいを見せる。たとえば、高温液体からのガラス合成時における容器の有無、重力、圧力等、様々な外的要因の影響を受ける。近年、こう言った物質合成において新たな手法を適用することにより、これまでの構造概念の枠に当てはまらない物質が多く報告されるようになってきた。

その一方、放射光や中性子といった量子ビームを用いた実験技術の進化および計算機シミュレーションの発達により、非晶質物質の構造・物性研究もまた進歩しつつある。量子ビーム実験技術の進化は、BL04B2のX線全散乱実験に代表される高い実空間分解能を持った二体分布関数の導出やBL01B1のXAFS実験に代表される元素選択性と言った「不規則」を体系化するために不可欠な実験情報を与える。更に、これらの実験データを基にした逆モンテカルロ(RMC)法による構造モデリングを行うことにより、非晶質物質のより詳細な構造情報を得ることができる。それに加え、計算機の速度の向上により大規模な第一原理計算、第一原理分子動力学(MD)シミュレーションが可能となり、これらの実験的・理論的手法を組み合わせることによって、ガラスや液体の構造が原子・電子レベルで記述できるようになってきた。

本提案では、ガラス・液体・アモルファス物質といった不規則系物質およびナノ物質に注目し、高温・高圧、薄膜、ナノ粒子と言った様々な環境下におけるふるまいを量子ビーム実験と理論計算により原子・電子レベルで解明することを第一目的とする。

そして、得られた実験データ、構造情報（原子間距離、配位数と言った短範囲構造の情報、多面体の共有の仕方（頂点・稜・面）、多面体が繋がってできるリング・チェーン構造、電子構造）、さらには物性データをデータベース化し、体系的に理解することが第二の目的である。

最終的には、得られた情報をデータマイニングやスパースモデリングのような「データ科学」の援用を受けて、実験データと構造情報の相関を探り、新たな構造モデリング法を提案することを目標とする。

第二の目的を達成するために必要なのは、量子ビーム実験、RMC モデリング、第一原理(MD)計算であるが、第一原理(MD)計算を大規模で行うとなると、相応の計算機リソースが要求される。これに関しては、スーパーコンピューターの利用を想定しているが、「データ科学」の援用により、たとえばRMCモデリングに機械学習させ、様々な構造情報データを組み込んでいけば、将来的には第一原理を必要としない、すなわち、スーパーコンピューターを必要としない新たな計算コードを開発することが期待される。そして、構造解析の経験のない材料科学者がパソコンで非晶質構造解析が行え、得られた知見を材料設計にフィードバックできるようになれば、その波及効果は大きい。

以上のように本提案では、実験、理論、そしてデータ科学を駆使し、不規則系物質およびナノ物質をターゲットとした基礎・応用両面に寄与する構造研究を展開する。

本提案は、JST さきがけ研究「理論・実験・計算科学とデータ科学が連携・融合した先進的マテリアルズインフォマティクスのための基盤技術の構築」（研究総括：常行真司）における申請者の課題「機能性不規則系物質の原子・電子レベル構造解析基盤の構築」および、JST-ACCEL「元素間融合を基軸とする物質開発と応用展開」（研究代表者：北川 宏、ﾌﾟﾛｸﾞﾗﾑﾏﾈｰｼﾞｬｰ：岡部晃博）における坂田修身グループの課題「放射光科学を基盤とした新規ナノ合金の原子配列・電子構造の分析」の一環として行われる。

当日は、本長期利用課題の概要と、得られた成果について報告を行う。

P-101

外場によって誘起される原子・分子ダイナミクスのマルチモード時分割構造計測

名古屋市立大学
青柳忍

本長期利用課題（2013A～2015B）では、SPring-8 BL02B1 の大型湾曲 IP カメラを用いて、電場などの外場によって誘起される原子・分子のダイナミクスをリアルタイムに計測可能な時分割単結晶X線構造解析の技術を確立し、実用的な誘電体材料や新規な機能性材料の原子・分子ダイナミクスを解明する。SPring-8 の短パルス放射光は、物質中の原子・分子のダイナミクスをリアルタイム計測するのに適したプローブである。特に SPring-8 の多彩なセベラルバンチ運転モードと高速 X 線チョッパーを組み合わせることで、kHz から MHz 領域までをカバーする様々な周波数（マルチモード）での時分割構造計測が可能となる。これまで SPring-8 BL02B1 の大型湾曲 IP カメラを用いて行われてきた精密単結晶構造解析を拡張・高度化し、時間分解能を持った精密単結晶構造解析技術を確立する。測定対象の物質は、圧電振動子に利用される水晶などの圧電体や、電場によって自発分極が反転する $LiTaO_3$ などの強誘電体、$Li^+@C_{60}$ などのナノ空間に閉じ込められた原子・分子の電場応答に興味が持たれる内包フラーレンなどである。3 年間の実験で得られた研究成果の中から、代表的な成果を紹介する。

1. 圧電振動子の原子ダイナミクス計測

水晶に代表される圧電体は、様々な電子機器の動作に必要な基準電気信号を発振する振動子として、広く用いられている。圧電振動子が振動によってどのように電気信号を発振するのか、その微視的機構を交流電場下時分割 X 線結晶構造解析により解明した(1)。実験に用いた振動子は、水晶およびランガサイトの振動子である。これらの振動子に 30 MHz 程度の共振周波数の交流電場を印加するとともに、それと同期した SPring-8 の短パルス X 線を照射することで、共振状態の振動子の時分割結晶構造解析を行った。交流電場との共振効果を利用して微小な圧電変形を大きく増幅させることで、振動中の原子ダイナミクスを精度よく追跡することに成功した。水晶とランガサイトでは、その圧電定数の違いと対応するように、振動中の構造変化に違いのあることがわかった。

2. 強誘電体の分極反転時の構造変化計測

強誘電体の電場による分極反転現象は、不揮発メモリなどに利用されている。強誘電体に電場を印可したときに、原子やイオンがどのように変位をして分極反転するのか、その過渡的的な構造変化を明らかにするために、電場下 X 線回折実験を行った(2)。実験に用いた強誘電体は、$LiTaO_3$ およびリラクサー強誘電体である。静電場下の X 線回折実験の結果、$LiTaO_3$ の分極反転に伴う微小な格子歪みと回折強度変化を計測することに成功した。また、結晶構造解析を行った結果、分極反転に伴う強誘電ドメイン比の静電場依存性も求めることに成功した。リラクサー強誘電体に対する実験では、試料に $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$-$PbTiO_3$ 単結晶を用い、3 kHz の交流電場下で分極反転を繰り返している試料の格子定数の時間変化を追跡することに成功している。

3. フラーレンに内包された原子の外場応答ダイナミクス計測

内包フラーレンは、球形の分子内の原子・分子が外場に応答することで、ナノサイズの分子デバイスとして機能すると期待される。リチウムやランタンなどの金属原子を内包したフラーレン結晶に対して、結晶構造決定を行うとともに、温度変化や電場印加、化学修飾などによる構造変化を明らかにすることを目指した(3,4)。リチウムイオン内包フラーレン塩$[Li@C_{60}](PF_6)$に対して、内包リチウムイオンのトンネル運動と低温での反強誘電秩序を見出すなどの成果を得た。

(1) S. Aoyagi, H. Osawa, K. Sugimoto, A. Fujiwara, S. Takeda, C. Moriyoshi, Y. Kuroiwa: Appl. Phys. Lett. **107** (2015) 201905.
(2) S. Aoyagi, H. Osawa, K. Sugimoto, M. Iwata, S. Takeda, C. Moriyoshi, Y. Kuroiwa: Jpn. J. Appl. Phys. **54** (2015) 10NB03.
(3) Z. Wang, S. Aoyagi, H. Omachi, R. Kitaura, H. Shinohara: Angew. Chem. Int. Ed. **55** (2016) 199.
(4) H. Ueno, H. Kawakami, K. Nakagawa, H. Okada, N. Ikuma, S. Aoyagi, K. Kokubo, Y. Matsuo, T. Oshima: J. Am. Chem. Soc. **136** (2014) 11162.

P-102

Orbital Magnetism on Dzyaloshinskii-Moriya Interaction

Kohei Ueda[1†‡], Sanghoon Kim[1†★], Kihiro Yamada[1], Motohiro Suzuki[2], Yoshinori Kotani[2], Tetsuya Nakamura[2], Gyungchoon Go[3], Peong-Hwa Jang[3], Kyung-Jin Lee[3], Aurelien Manchon[4], Kohji Nakamura[5], Tomohiro Koyama[6], Daichi Chiba[6], Takahiro Moriyama[1], Kab-Jin Kim[1] & Teruo Ono[1★]

[1]*Institute for Chemical Research, Kyoto University, Gokasho, Uji, Kyoto 611-0011, Japan*
[2]*Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI/SPring-8), Sayo, Hyogo 679-5198, Japan*
[3]*Department of Materials Science & Engineering, Korea University, Seoul 136-713, South Korea*
[4]*Core Labs, King Abdullah University of Science and Technology (KAUST), Thuwal 23955-6900, Saudi Arabia*
[5]*Department of Physics Engineering, Mie University, Tsu, Mie 514-8507, Japan*
[6]*Department of Applied Physics, Faculty of Engineering, The University of Tokyo, Bunkyo, Tokyo 113-8656, Japan*

† These authors contributed equally to this work
★ Correspondence to: makuny80@gmail.com, ono@scl.kyoto-u.ac.jp
‡ Present address: Department of Materials Science and Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Massachusetts 02139, USA

It has been demonstrated that the Dzyaloshinskii-Moriya interaction (DMI) at the interface between a ferromagnetic (FM) and a heavy nonmagnetic metals (HM) has an essential role for forming chiral spin objects such as the skyrmion and the Néel-type domain wall [1,2]. The objects have attracted much attention for the next generation data storage devices [1-3]. However, the microscopic origin of the interfacial DMI is still debating issue [4,5]. Recently, the relation between orbital magnetism and DMI has been theoretically demonstrated [6]. In this study, we experimentally reveals the relation to uncover the microscopic origin of the DMI. Our nucleation measurement result based on the droplet model demonstrates the strong temperature dependence of DMI-induced effective field in the Co/Pt bilayer. On the other hands, the x-ray magnetic circular dichroism measurement exhibits that the perpendicular orbital moment increases at low temperature while the in-plane orbital moment is almost temperature-independent. The theoretical investigation based on the tight-binding model qualitatively reproduces the experimental results, showing that orbital-to-orbital electron hopping with the inversion symmetry breaking can link between the interfacial DMI and the orbital moments.

This work was partly supported by JSPS KAKENHI Grant Numbers 15H05702, 26870300, 26870304, 26103002, 25220604, 2604316 Collaborative Research Program of the Institute for Chemical Research, Kyoto University, and R & D project for ICT Key Technology of MEXT from the Japan Society for the Promotion of Science (JSPS). This work has also been performed with the approval of the SPring-8 Program Advisory Committee (Proposal Nos. 2015A0117, 2015A0125).

Reference

1. Dzyaloshinskii, I. E. *Sov. Phys. JETP* **5**, 1259 (1957).
2. Moriya, T. *Phys. Rev.* **120**, 91–98 (1960).
3. Fert, A., Cros, V. & Sampaio, J. *Nat. Nanotech*. **8**, 152-156 (2013).
4. Emori, S., Bauer, U., Ahn, S.-M., Martinez, E. & Beach, G. S. D. *Nat. Mater*. **12**, 611–616 (2013).
5. Yang, H. et al. *Phys. Rev. Lett.* **115**, 267210 (2015).
6. Kashid, V., et al. *Physical Review B* **90**, 054412 (2014).

P-103

クリーン・高効率次世代エンジン開発への X 線光学技法の適用：超高速燃料噴霧の形成メカニズム解明及び理論モデル構築

国立研究開発法人産業技術総合研究所　省エネルギー研究部門
文 石洙

脱石油化、温暖化の抑制は世界共通の課題であり、日本のようなエネルギー技術先進国において従来エンジンの超高効率化による低炭素・グリーン社会の実現が急務である．エンジン熱効率向上には、燃焼室内に噴射される燃料と空気を混合させる噴射技術の高度化が重要であるが、燃料噴射に関わる物理現象にはまだ未解明な部分が多い．これまでのエンジン開発には、運転時に想定される全ての条件を実験的方法で解析することは非効率的・非現実的であることから、理論モデルに基づく噴霧・燃焼数値計算が併用されてきたが、燃料噴霧に関する不十分な理解は信頼性のあるエンジン数値計算の障害になってきた．

燃料噴霧の物理現象をモデル化し数値解析に適用するためには、ノズル内部および近傍の噴霧基部に関する理解が重要であるが、これまでのレーザ光学に基づく計測技法では噴霧基部の超高速・高密度領域の正確な情報を得ることが困難であった．そのため、既存の理論噴霧モデルの妥当性の検証が十分でなく、実験で得た噴霧形状に合わせて初期入力値とモデルの定数を任意に調整する、いわゆる合わせ込みがエンジン数値解析において一般的に行われてきた．

本研究課題は、低炭素・グリーン社会の早期実現に資する噴霧形成メカニズムの解明および理論モデルの構築を目指し、次世代燃料の物性及び様々な噴射条件が燃料噴霧の形成に及ぼす影響に関する X 線計測を行う．X 線噴霧計測には位相コントラスト画像法が用いられ、得られた X 線画像を用いて噴霧基部の流動構造およびダイナミクスを解析する．X 線の短い波長は噴霧基部の高密度領域における散乱・吸収を避け、噴霧内部の情報を検出器まで伝えることを可能とする．一方、X 線のナノ秒以下の短いパルスは噴霧基部の超高速流動における高時間分解能を持つ解析を可能とする．図 1 は本課題にて BL40XU に構築した X 線噴霧計測装置の概略を示す．一方、図 2 は X 線位相コントラスト画像から噴霧基部の流動構造およびダイナミクスを解析する手法を示す．

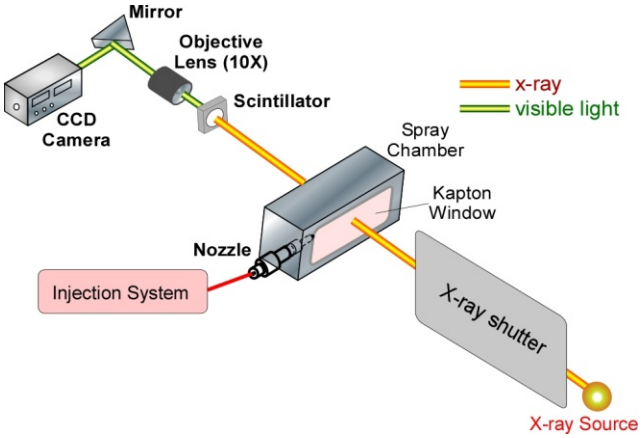


図 1．X 線位相コントラスト画像法の実験装置 @BL40XU[1)]

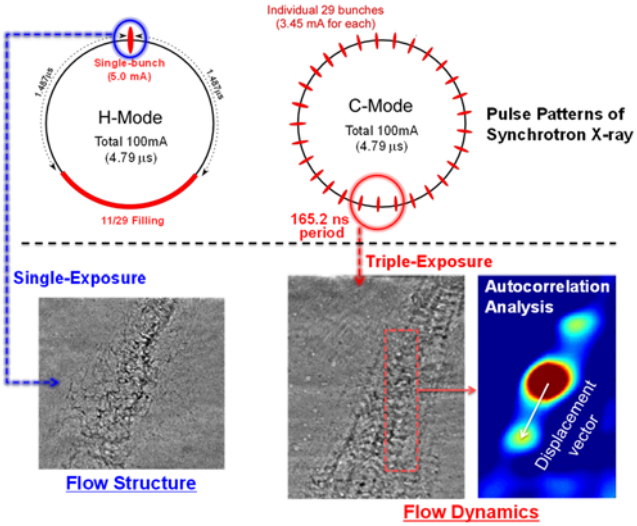


図 2. X 線位相コントラスト画像を用いた噴霧解析技法 [1)]

参考文献

1. S. Moon *et al.*, *Experimental Thermal and Fluid Science*, Vol. 68, pp. 68-81, 2015.
2. K. Komada *et al.*, *Fuel*, Vol. 181, pp. 964-972, 2016.

P-104

放射光 X 線を用いた自己組織化巨大球状錯体分子の単結晶 X 線構造解析 – 30 の頂点を持つアルキメデス多面体（二十・十二面体）の化学分子合成–

東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻
藤田大士、藤田誠

我々が住む3次元空間の性質により、多面体はそのとりうる構造にさまざまな制約を受けることが知られています。例えば「正多面体は5種類しか存在しない」ことは紀元前から知られており、また多面体の面、頂点、辺の数を関係づける「オイラーの定理」も幾何学構造を制約する自然界の法則として有名です。化学的につくられるすべての3次元構造も当然のことながらこれらの制約を満たしていますが、我々はこの事実を逆手にとって、「多数の分子が自発的に集まる自己集合過程において、幾何学的な制約を利用して化学構造を一つの構造に落とし込む」という発想で、一見不可能とも思える多数成分からの巨大球状構造の自己集合を達成してきました。

具体的には、上下左右の4方向に結合部位を持つ金属イオン(M)と、金属イオン同士を架橋する湾曲した有機分子(L)を組み合わせて反応させると、用いた有機分子のわずかな構造の違いに応じて、$M_{12}L_{24}$ 組成の立方八面体や $M_{24}L_{48}$ 組成の斜方立方八面体が、自発的に組みあがることをこれまでに明らかにしました。さらに巨大な多面体構造として、$M_{30}L_{60}$ 組成の二十・十二面体や $M_{60}L_{120}$ 組成の斜方二十・十二面体生成が予測されますが、これらの 100～200 成分に近い構成成分からなる巨大な多面体分子の構築はこれまでに達成されていませんでした。

今回我々は、はじめて $M_{30}L_{60}$ 組成の二十・十二面体の自己集合構築に成功しました。分子のわずかな「たわみ」までも構成成分の分子設計にとりいれ、自己集合を精密に制御したところ、はじめて念願の二十・十二面体($M_{30}L_{60}$ 構造)をくみ上げることに成功しました。できあがった二十・十二面体の分子構造は、X 線構造解析法を駆使することによって、その設計通りの姿が明らかになりました。二十・十二面体は正三角形 20 枚、正五角形 12 枚を貼りあわせた幾何学的にも対称性の高い美しい形をしており、「アルキメデスの多面体」と呼ばれる多面体群のひとつです。直径8 ナノメートルを超える前人未踏の巨大中空球状構造は、従来存在しなかった新しいカテゴリーの物質であり、学術的にも、新しいナノ空間の創出を期待させる独創性の高い研究成果です。

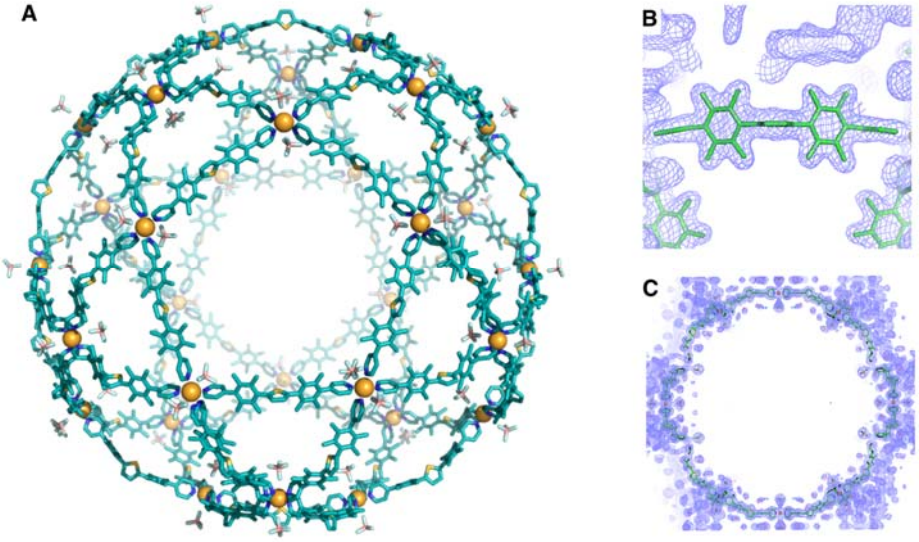


図1 $M_{30}L_{60}$ 型錯体の X 線構造解析結果。(A) 正三角形 20 枚、正五角形 12 枚を貼りあわせた形の二十・十二面体型の構造が、設計したとおりに得られていることがわかる。(B,C) 電子密度図の拡大図。これにより分析の精度が十分に高いこと(B)、他に類をみないサイズの巨大な中空空間が存在している(C)ことが明らかになった。

参考文献: *Chem* **2016**, *1*, *in press*. DOI: 10.1016/j.chempr.2016.06.007.

P-105

ナノ X 線顕微分光法を利用した分子環境地球化学的アプローチによるサステナブル科学の推進

東京大[1]、JAMSTEC[2]、広島大学[3]、JASRI/SPring-8[3]
高橋嘉夫[1]、柏原輝彦[2]、渡辺勇輔[1]、伊藤理沙[1]、坂田昂平[3]、寺田靖子[4]、関沢央輝[4]、新田清文[4]、宇留賀朋哉[4]

持続可能な（サステナブル）社会の実現は全人類にとって必須の課題であり、そのために地球・環境科学においては、現状の地球環境問題の実態解明・対策や新たな資源開発によるエネルギー・資源の長期的利用への貢献が重要である。我々のグループでは、化学素過程の解明を基に地球表層で起きている物質循環・元素の挙動に関する研究を進めてきている。こうした化学素過程の解明は、有害元素の挙動（環境問題）、有用元素の濃集現象（資源科学）、地球温暖化問題などの多くの問題の理解・解決の基盤となる。我々は、天然試料の分析や室内模擬実験などの様々な系に対して種々の X 線吸収微細構造（XAFS）法を利活用することで、地球表層で起きる化学素過程の解明に基づく環境化学・物質循環・資源化学の研究を進め、このような分野を分子環境地球化学と呼んで精力的に研究を進めている。本長期利用課題では、分子環境地球化学的に重要な研究対象に対して、SPring-8 の先端ナノ X 線顕微分光法を中心とした計測により化学素過程の解明を実現し、これを通してサステナブル科学の進展に寄与することを目的とする。具体的テーマとして以下の 3 つを挙げたが、本研究で特に重要な点は、様々な実試料への応用を進めることで最先端のナノ X 線顕微分光法を最大限に活用し、実試料へ適用する際の種々の課題をクリアし最適化を進めることにある。

＜1. エアロゾル中の元素の化学種解明：ナノ X 線顕微鏡＞

本研究では、エアロゾル粒子中の様々な元素の 1 粒子ごとの化学種を 100 nm 集光 X 線を用いた XAFS (XANES＋EXAFS)により調べている。その一環として、北太平洋などの HNLC 海域で植物プランクトンの増殖を制限している鉄の化学種解明によりエアロゾル中の鉄の水溶性を調べ、植物プランクトンの増殖と二酸化炭素吸収に与える鉄の影響を調べた。BL37XU を用いたサブミクロンの X 線ビームを用い、エアロゾルの個別粒子中の鉄の化学種解明を行った。これらから、特にサブミクロンの粒子に人為起源の酸化鉄（ヘマタイト、フェリハイドライト）が存在することが分かり、一方室内実験からこれらが非常に溶解し易い鉄であることが分かった。別途、BL27SU では、イオウの局所化学種解析を行い、硫化ジメチル（DMS）を検出した。これらは、いずれも間接的に地球の寒冷化に貢献すると考えられている物質であり、同位体比なども調べながら、今後さらに詳細な分析を行う。

＜2. 有用元素の濃集過程の解明：蛍光分光 XAFS 法＞

サステナブル社会構築のためにも重要なハイテク産業の展開には、レアメタル・レアアースの利用が不可欠であるが、資源の希少性や偏在性ゆえに多くの問題が起きている。これらの有用金属資源の生成メカニズムを明らかにすることは、類似の金属資源を探索する上で重要な指針を与える。白金などのレアメタル資源として、太平洋海底のマンガン団塊への白金の濃集が報告されているが、その濃集過程は分かっていない。本研究では、BL37XU における超高感度蛍光分光 XAFS 計測により、この白金の XAFS スペクトルを測定することに成功した。その結果、白金はマンガン団塊中で 4 価・酸素配位の化学種として存在していることが分かった。この結果は、海水中の $PtCl_4^{2-}$が酸化を受け、マンガン酸化物と直接結合を持って取り込まれることを示唆しており、マンガン酸化物による白金の濃集機構に大きな示唆を与える。

＜3. 環礁の有孔虫堆積物に与える人為起源物質の影響＞

マーシャル諸島マジュロ環礁を対象に、有孔虫堆積物に与える人為起源物質の影響を蛍光 X 線分析と X 線マイクロ CT で調べた。前者では、マグネシウム、アルミニウム、亜鉛などの化学種分析を XAFS 法により行い、その起源を探った。後者では、有孔虫の空隙に割合を求め、それに影響を与えると考えられる土壌 pH や硝酸イオンの濃度を調べ、人為起源物質による有孔虫の溶解現象を調べた。

P-106

Magnetic Compton scattering and Fermiology studies in high magnetic fields: Long term project

J. A. Duffy[1], S.B. Dugdale[2], S.R. Giblin[3] and J.W. Taylor[4]
[1]Department of Physics, University of Warwick, Coventry, CV4 7AL, U.K.
[2]H.H. Wills Physics Laboratory, University of Bristol, Bristol, BS8 1TL, U.K.
[3]Cardiff School of Physics and Astronomy, Cardiff University, Cardiff CF24 3AA, U.K.
[4]DMSC - European Spallation Source, 2100 Universitetsparken 1, Copenhagen, Denmark

In this poster, we report on our current long term project to develop high-field magnetic Compton scattering measurements on BL08W. We present details about our current progress, and our latest results obtained using the magnet. We also present details of our future plans to make our first Fermiology measurements in an applied magnetic field, which requires a new development of our sample environment.

Studies of spin-resolved electron momentum densities involve the measurement of the so-called magnetic Compton profile. This is a one-dimensional projection of the electron momentum distribution of only those electrons that contribute to the spin moment of a sample. The technique is applicable to ferri- and ferromagnetic materials. The profile is obtained via the inelastic “Compton” scattering of high energy X-rays. The beamline BL08W is set up for these experiments, with the necessary hard (typically 175 keV) circularly polarised X-rays produced by the helical wiggler.

Magnetic Compton scattering can reveal unique information concerning the electronic structure underlying magnetic materials. Since electrons originating from different atomic orbitals have specific momentum densities, it is often possible to determine the origin of the magnetism present. Typically, interpretation requires the use of electronic structure calculations using molecular orbital and band structure approaches. By using both theoretical methods in combination, a considerable amount of information can be obtained from the experimental profiles.

For this project, an Oxford Instruments Spectromag cryomagnet has been shipped from the UK and commissioned for use on BL08W. This magnet, with its variable temperature insert, can provide a sample environment with applied magnetic fields up to 9 Tesla (horizontally), at temperatures from 1.3K to 300K. With our own micro-furnace, temperatures up to 700 K can be attained.

In this poster, we will highlight some of the newest results obtained during our first very recent experiment and will present our plans for the rest of the long term project.

We would like to thank the EPSRC in the UK for funding for this project, to SPring-8 for providing the long term projects 2012B0045 and 2016A0131, and Y. Sakurai and M Itou for their significant help and contribution to our experiments.

P-107

サイト選択原子イメージングを基盤技術とした
蛍光X線・光電子ホログラフィーの相乗利用研究領域の開拓・創成

名古屋工業大学、奈良先端科学技術大学
林　好一、大門　寛、松井文彦

蛍光X線ホログラフィーや光電子ホログラフィーは、ドーパントなど材料が機能を発現するための原子サイト、すなわち「活性サイト」1)の構造解明に非常に有力な手法である。本長期利用課題では、従来、個別に進められてきた両手法を統合的に利用することと、サイト選択性の機能を特化させることを目標に掲げ、研究を進めている。また、本目的を進める上で、装置の整備も進めており、新型蛍光X線ホログラフィー装置については、1/3 程度の測定時間短縮や 100 μm 程度の微結晶の測定も可能である。光電子ホログラフィーでは嫌気性試料を取り扱う工夫や 20 μm の収束ビームを利用した走査顕微測定による不均一試料表面への対応が進み、応用への幅が拡がっている。

まずは、光触媒である Rh ドープ $SrTiO_3$ 薄膜を一つの共通試料とし、蛍光X線・光電子ホログラフィーで計測している。Rh ドープ $SrTiO_3$ は PLD 法で成膜しているが、酸素雰囲気によって Rh の価数を制御できる。Rh4+より Rh3+の方が活性が高いことが知られているが、その局所構造の詳細に興味が持たれている。

Fig..1 に、別々に作製した Rh3+ドープ試料と Rh4+ドープ試料の蛍光X線ホログラフィーの結果を示すが、それらの原子像が明らかに異なることが分かる。詳細に解析を行うと Rh4＋については、Ti のサイトに置換していることが分かった。一方、Rh3+については明らかに単純な置換ではない、特異な構造を有している。これらの試料については、EXAFS の測定も行っており、Rh3+の局所構造についてのモデルを求めている。また、Rh3+と Rh4+が混ざった試料も作製してもらい、同一試料から Rh3+と Rh4+を選別してホログラムを抽出することも試みた。ここでは、価数の違いによる吸収端の差を利用している。

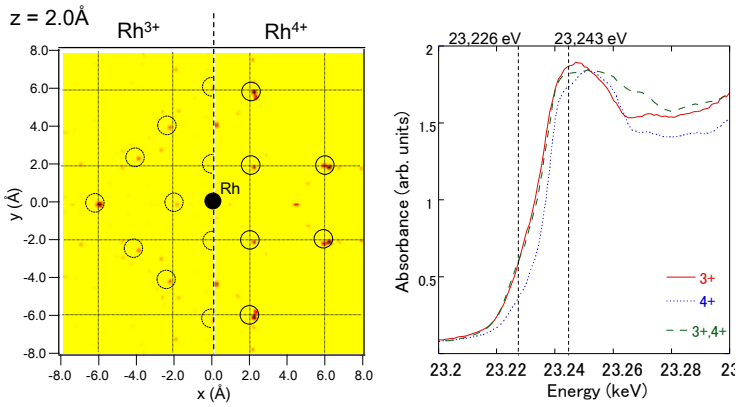


Fig.1 光触媒 Rh:$SrTiO_3$ の価数による局所構造の違い。(左)原子像、(右)XAFS。

光電子ホログラフィー測定では Rh4+ドープ試料と、Rh3+,4+が混在した試料を対象とした。XPS から混在比を算出し、光電子角度分布から Rh4+の寄与を差し引くことで Rh3+の成分を得た。Rh4+の角度分布は同じ運動エネルギーで測定した Ti2p の角度分布と非常によく似ていることから Ti サイトに置換していることが分かった。他方、Rh3+は高対称な晶帯軸方向の光電子強度が抑制されているなどから Ti サイトからずれた位置にあることが予想されている。光電子ホログラフィーでは光電子の脱出深度が小さい特徴を利用して、表面付近に敏感な測定ができ、蛍光X線ホログラフィーに対し相補的な情報が得られる。

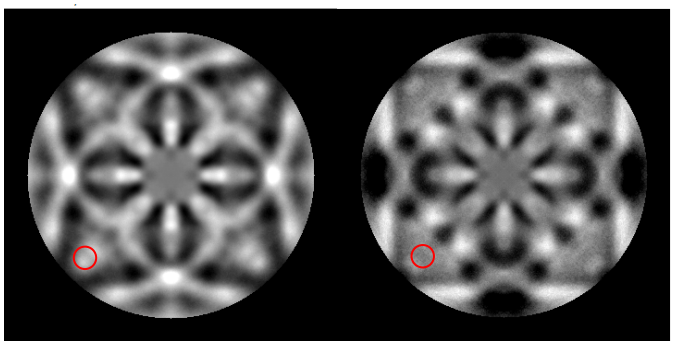


Fig.2 光触媒 Rh:$SrTiO_3$ の光電子角度分布。(左)Rh4+、(右)Rh3+。

1)　http://www.3d-activesite.jp/

P-108

NRVS for structural definition of non-heme iron enzyme intermediates

Kyle D. Sutherlin, Lars H. Böttger, Kiyoung Park, Martin Srnec, Yoshitaka Yoda, Makoto Seto, and Edward I. Solomon

Mononuclear and binuclear non-heme iron enzymes catalyze a wide array of reactions of O_2 with substrates in nature. In many cases oxygen intermediates active in catalysis are inaccessible to traditional vibrational spectroscopic methods, in particular resonance Raman, and their structures thus remain unknown. We have developed a methodology for applying nuclear resonance vibrational spectroscopy (NRVS), which is selective for all vibrations with Fe displacement, to define the structures of these intermediates. This methodology involves collecting NRVS data on structurally well-defined models of the intermediates of interest and simulating these NRVS spectra using DFT calculations. From comparing the data to the NRVS simulation, the functional and basis set combination that best simulates the model data are identified, allowing for assignment of the iron vibrational modes and their dependence on structure. That same computational method is then extended to the enzyme intermediates, allowing determination of their structure. We have successfully applied this methodology to S = 1 and S = 2 Fe^{IV}=O models and then to the Fe^{IV}=O intermediate in the halogenase SyrB2. DFT-calibrated NRVS allowed us to define the structure of this intermediate and elucidate how substrate orientation in this enzyme leads to halogenation of the native substrate but hydroxylation of a non-native substrate. We are now extending these studies to a series of six-coordinate S = 2 Fe^{IV}=O model complexes and to the S = 2 Fe^{IV}=O intermediate in TauD. For other mononuclear non-heme iron systems we have systematically studied the spectral changes in going from a side-on ferric peroxo species to an end-on hydroperoxide species. We are now applying these results to understand the peroxy intermediate in the Rieske dioxygenases and its mode of oxygen activation in electrophilic attack on aromatic substrates. We are further extending these studies to putative high-spin Fe^{III}-(hydro)peroxo intermediates in the extradiol dioxygenases.

We have also applied this methodology to a series of Fe^{III}_2-peroxy intermediates and Fe^{IV}_2 and Fe^{III}-Fe^{IV} mono- and bis-μ-oxo models to understand their NRVS spectra and are extending these studies to a series of bis-μ-oxo systems which exhibit different carboxylate bridging patterns. In enzyme intermediates, our DFT-calibrated methodology has allowed us to elucidate the difference in geometric structure of the peroxy-level intermediate P' in AurF, which converts aromatic amino groups to nitro groups, and the peroxy-level intermediate P in trapped in the D84E RNR variant in *E.coli*. Combined with the electronic structure information obtained from magnetic circular dichroism spectroscopy, this has allowed us to evaluate the differences P and P' exhibit in their geometric and electronic structures and reaction pathways. We are also applying this methodology to high-valent binuclear non-heme Fe enzyme intermediates, where we have identified the geometric structure of the high-valent intermediate Q in soluble methane monooxygenase, which activates the strong C-H bond for H-atom abstraction by a $Fe(IV)_2$ cluster. We are now extending this study to the mixed -valent intermediate X in RNR, which utilizes a Fe(III)Fe(IV) cluster to formally also perform an H-atom abstraction (actually proton coupled electron transfer) reaction that generates a tyrosyl radical for nucleotide reduction.

P-109

Nuclear Resonant Vibrational Spectroscopy to Reveal Fe-H/D Structures for Hydrogenase and Nitrogenase Model Complexes

Leland Gee [1], Yoshitaka Yoda [2], Kenji Tamasaku [3], Cindy Pham [1], Nakul Mishra [1], Hongxin Wang [1] and Stephen P. Cramer [1, *]

[1] Department of Chemistry, University of California, Davis, CA 95616, USA
[2] JASRI / SPring-8, 1-1-1 Kouto, Sayo-cho, Sayo-gun, Hyogo, 679-5198, Japan
[3] RIKEN / SPring-8, 1-1-1 Kouto, Sayo-cho, Sayo-gun, Hyogo, 679-5198, Japan
[*] Principal Investigator

Hydrogenases (H_2ases) and nitrogenases (N_2ases) are important enzymes in nature, while newly developed nuclear resonant vibrational spectroscopy (NRVS) is excellent to evaluate the iron specific information inside complicated systems, such as H_2ases and N_2ases. For example, a Ni-H-Fe wag mode inside DvMF NiFe H_2ase was published in 2015.

Observing Fe-H/D stretching will be even better to elucidate the detailed structural information in various critical H_2ase or H/D-bound N_2ase intermediates because Fe-H/D has no overlap with any other features in NRVS. In 2016, we have finished NRVS observation for a series of important bioinorganic complexes and one real H_2ase enzyme, including some features in their Fe-H/D stretching region:

1) The $[(\mu,\kappa^2\text{-bdtH})(\mu\text{-PPh}_2)(\mu\text{-H})\text{Fe}_2(\text{CO})_5][\text{OTf}]$ (or FeHFe for short) is the first di-protonated [FeFe] H_2ase model relevant to key intermediates in catalytic H_2 production. The NRVS spectrum showed a much lower intensity in Fe-H-Fe wag mode in comparison with that for the Ni-H-Fe wag mode in [NiFe]-H_2ase model;
2) A pair of high spin (HS) iron (II) hydride/deuteride isotopologues with two H or two D in the bridges (FeHHFe or FeDDFe for abbreviation) is a good pair for modeling N_2ases. We have finished the full NRVS for this FeHHFe/FeDDFe pair, including the features of Fe-H and Fe-D stretching modes;
3) For a real [FeFe]-H_2ase: 1) with $[2Fe]_H$ being selectively ^{57}Fe labeled; 2) having an oxo dithiol bridge instead of the typical amine dithiol bridge; 3) prepared in D_2O, a preliminary NRVS measurement revealed a “possible” Fe-D stretching “peak” at around 1312 cm^{-1}, although it still needs more statistics and verification.

P-110

V 型 CRISPR-Cas 系にかかわる Cpf1 の結晶構造

・ 山野 峻[1]、西増 弘志[1,2]、石谷 隆一郎[1]、濡木 理[1]
（1, 東京大学 2, JST PRESTO）

CRISPR-Cas 系は原核生物の獲得免疫機構である. II 型 CRISPR-Cas 系で働く RNA 依存性 DNA エンドヌクレアーゼ Cas9 は，ガイド RNA と相補的な二本鎖 DNA を特異的に切断する機能をもつ．ガイド RNA の配列を変更することで標的とする DNA の配列を容易に変更できるため，Cas9 はゲノム編集技術へと応用され生命科学に革命を起こしている．昨年，V 型 CRISPR-Cas 系に関わる RNA 依存性 DNA エンドヌクレアーゼ Cpf1 が発見され，新たなゲノム編集ツールとして注目されている．Cas9 とは異なり，Cpf1 は T リッチな PAM をもつ標的 DNA を切断し突出末端を形成するが，その分子機構は不明であった．今回，我々は，*Acidaminococcus sp.*に由来する Cpf1，ガイド RNA，標的 DNA からなる複合体の結晶構造を決定した．Cpf1 が Cas9 とは異なる特徴を示す仕組みを構造から明らかにすることに成功した．さらに，Cpf1 と Cas9 の構造比較から，これら 2 つの CRISPR 関連ヌクレアーゼの作動機構における共通性および多様性が明らかになった．この成果は今後のゲノム編集技術のさらなる発展を促進するものである．