


ISSN 1341-9668  
SPring-8 Document  
D2012-001

# SPring-8

INFORMATION  
[利用者情報]

Vol.17 No.1 2012.2



  
JASRI

## SPring-8 Information

### 目次

#### CONTENTS

ご挨拶 Message from Chairman	(財)高輝度光科学研究センター 会長 Chairman of JASRI	川上 哲郎 KAWAKAMI Tetsuro	1
理事長室から — SACLA の供用開始に向けて— Message from President - SACLA will Start the User Operation in March -	(財)高輝度光科学研究センター 理事長 President of JASRI	白川 哲久 SHIRAKAWA Tetsuhisa	2
1. 最近の研究から / FROM LATEST RESEARCH			
フロリゲン (花成ホルモン) の細胞内受容体の発見 Discovery of Intracellular Receptors for Rice Hd3a Florigen	奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科 Graduate School of Biological Sciences, Nara Institute of Science and Technology	田岡 健一郎 TAOKA Ken-ichiro	
	大木 出 OHKI Izuru	辻 寛之 TSUJI Hiroyuki	
	大阪大学 蛋白質研究所 Institute for Protein Research, Osaka University	児嶋 長次郎 KOJIMA Chojiro	
	奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科 Graduate School of Biological Sciences, Nara Institute of Science and Technology	島本 功 SHIMAMOTO Ko	3
低環境負荷に貢献するソフトマテリアルの新しい接着技術 Environmentally Friendly Novel Adhesion Technology	九州大学 先端物質化学研究所 Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyushu University	高原 淳 TAKAHARA Atsushi	
	(株)デンソー 材料技術部 Materials Engineering R&D Division, DENSO Corp.	岡本 泰志 OKAMOTO Yasushi	
	(株)デンソー 半導体実装開発部 Semiconductor Packaging R&D Division, DENSO Corp.	泉 隆夫 IZUMI Takao	
	(株)デンソー 材料技術部 Materials Engineering R&D Division, DENSO Corp.	青木 孝司 AOKI Takashi	
	科学技術振興機構 ERATO 高原ソフト界面プロジェクト ERATO Takahara Soft Interfaces Project, JST	小林 元康 KOBAYASHI Motoyasu	9
海藻カサノリ由来ロドプシン ARII の結晶構造 Crystal Structure of the Marine Alga <i>Acetabularia</i> Rhodopsin II	(独)理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域 Systems and Structural Biology Center, RIKEN	和田 崇 WADA Takashi	
	染谷 友美 KIMURA-SOMEYA Tomomi	白水 美香子 SHIROUZU Mikako	
		横山 茂之 YOKOYAMA Shigeyuki	17
柔軟性錯体ナノ空間での $\pi$ 共役オリゴマーの発光スイッチング: 新しいガスセンサー材料への応用 Luminescence Switching of $\pi$ -Conjugated Oligomers in Flexible Coordination Nanospaces: Application to New Gas Sensor Material	京都大学大学院 工学研究科 Graduate School of Engineering, Kyoto University	植村 卓史 UEMURA Takashi	
	京都大学大学院 物質-細胞統合システム拠点 Institute for Integrated Cell-Material Sciences, Kyoto University	北川 進 KITAGAWA Susumu	21
Long-term Proposal Report: Spin-resolved Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy Spin-HAXPES	Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Johannes Gutenberg - Universität Mainz	Gregory STRYGANYUK	
		Xeniya KOZINA	
	Institut für Physik, Johannes Gutenberg - Universität Mainz	Gerhard H. FECHER	
	Research & Utilization Division, JASRI	Claudia FELSER	
	Division of Electronics for Informatics, Hokkaido University	Gerd SCHÖNHENSE	
	Magnetic Materials Center, NIMS	Eiji IKENAGA	
	NIMS Beamline Station at Spring-8, NIMS	Takeharu SUGIYAMA	
		Masafumi YAMAMOTO	
		Koichiro INOMATA	
		Keisuke KOBAYASHI	26
2. ビームライン / BEAMLINES			
BL20B2 における X 線位相差 CT の現状報告 Current Status of X-ray Phase Contrast Imaging and Tomography at BL20B2	(財)高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 Research & Utilization Division, JASRI	星野 真人 HOSHINO Masato	
	上杉 健太郎 UESUGI Kentaro	八木 直人 YAGI Naoto	33
3. SACLA 通信 / SACLA COMMUNICATIONS			
SACLA の供用について SACLA Opened for Public Use	(財)高輝度光科学研究センター XFEL 研究推進室 XFEL Division, JASRI	後藤 俊治 GOTO Shunji	38
SACLA の調整状況 Beam Commissioning and Achieved Laser Performance of SACLA	(独)理化学研究所 播磨研究所 XFEL 研究開発部門 XFEL Research and Development Division, RIKEN	田中 均 TANAKA Hitoshi	42

4. 研究会等報告／WORKSHOP AND COMMITTEE REPORT			
SPring-8 コンファレンス 2011			
SPring-8 の先端性・多様性と元気な日本の再創造 ―エネルギー問題の解決を目指して―			
The SPring-8 Conference 2011	(財)高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 (SPring-8 コンファレンス 2011 実行委員長)	藤原 明比古	
	Research and Utilization Division, JASRI	FUJIWARA Akihiko	46
ICALEPS2011 報告			
Report from ICALEPCS2011	(財)高輝度光科学研究センター 制御・情報部門	山下 明広	
	Control and Information Division, JASRI	YAMASHITA Akihiro	52
5. SPring-8 通信／SPring-8 COMMUNICATIONS			
第 27 回共同利用期間 (2011A) において実施された利用研究課題			
2011A Proposal and User Statistics	登録施設利用促進機関 (財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	Registered Institution for Facilities Use Promotion, User Administration Division, JASRI		56
平成 21 年度指定パワーユーザー中間評価報告			
Interim Review Report on Power Users Designated in FY2009	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		61
2008A 期実施開始の長期利用課題の事後評価について			
Post-Project Review of Long-term Proposals Starting in 2008A	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		65
2010A 期 採択長期利用課題の中間評価について			
Interim Review Results of 2010A Long-term Proposals	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		66
SPring-8 運転・利用状況			
SPring-8 Operational Status	(財)高輝度光科学研究センター 研究調整部		
	Research Coordination Division, JASRI		67
論文発表の現状			
Statistics on Publications Resulting from Work at SPring-8	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		69
最近 SPring-8 から発表された成果リスト			
List of Recent Publications	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		71
6. 談話室・ユーザー便り／USER LOUNGE・LETTERS FROM SPring-8 USERS			
SPring-8 利用者懇談会の改編について			
Report on Ongoing Discussion of Reorganization of the SPring-8 Users Community	SPring-8 利用者懇談会 会長 (東京大学大学院 新領域創成科学研究科)	雨宮 慶幸	
	Graduate School of Frontier Sciences, The University of Tokyo	AMEMIYA Yoshiyuki	98
7. 告知板／ANNOUNCEMENTS			
最近の SPring-8 関係功績の受賞			
SPring-8 Related Achievements			99
第 20 回 SPring-8 施設公開 ―すぐそこに 未知の光と科学の未来―			
Announcement of SPring-8 Open House			100
第 12 回 SPring-8 夏の学校 開催のご案内 ―最先端の放射光科学を学ぶ―			
SPring-8 Summer School 2012			101
「SPring-8 次期計画 Preliminary Report」公開のお知らせ			
SPring-8 Upgrade Plan Preliminary Report	(独)理化学研究所 播磨研究所 所長	石川 哲也	
	Director, RIKEN Harima Institute	ISHIKAWA Tetsuya	102
レーザー電子光ビームライン (BL33LEP) の中間評価について			
Interim Review Results of Laser-Electron Photon (BL33LEP)	(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部		
	User Administration Division, JASRI		103

## ご挨拶



財団法人高輝度光科学研究センター  
会長 川上 哲郎

平素は当財団の運営にあたり種々ご高配を賜り、厚くお礼申し上げます。

今年は、SPring-8の供用開始から15年目となる節目にあたります。お蔭をもちまして、当施設は延べ利用者が13万人超えを記録し、SPring-8はまさに成熟期を迎え、物質、生命、環境、地球科学など、あらゆる分野を通じて数多くの画期的な研究成果を生み出しております。

産業利用面でも、年間200社近い企業が利用され、「ものづくり」にも大いに貢献しています。また、昨年12月1日には、「ナノ・フォレンジック・サイエンスグループ」を創設し、ナノレベルの極微量試料の分析も可能なSPring-8の先端計測技術をもとに、次世代の科学鑑定を拓く分析手法等の開発に注力するなど、今後もSPring-8の可能性は、一段と拡大するものと確信しております。

ご高承のように、昨年3月11日に発生した東日本大震災により、茨城県にある放射光科学研究施設(PF)、大強度陽子加速器施設(J-PARC)といった量子ビーム施設は、甚大な被害を受けました。このためSPring-8では、平成23年度上期の運転計画を見直し、約250時間の「量子ビーム施設震災優先枠」を設けて、被災施設のユーザーに利用いただくなど、被災者支援にも尽力してまいりました。

また、6月7日に世界最短波長のX線レーザーの発振に成功したX線自由電子レーザー施設SACLAは、順調に開発・調整が進められており、今年3月に供用が開始されます。当財団は、SPring-8に加えSACLAについても登録施設利用促進機関として位置付けられ、今後先導的な研究成果が早期に創出されるよう、理化学研究所等と連携しつつ、利用促進を図ってまいります。

さらに8月19日には、第4期科学技術基本計画が閣議決定され、わが国の将来にわたる持続的な成長と社会の発展に向けた科学技術イノベーションの戦略的推進という基本方針が、掲げられました。SPring-8はその線に沿って、平成23年度下期から、グリーン/ライフイノベーションの推進を重点研究課題の一つとして利用促進を図っております。

当財団としましてはSPring-8のさらなる効率的運営に努めるとともに、最先端のX線自由電子レーザー施設SACLAも併せ、世界一の計算能力を持つスーパーコンピューター「京」との連携を図りながら、わが国の科学技術イノベーションの推進を支えるとともに、世界をリードする先端的・戦略的研究開発拠点として、より多くの研究者にご利用いただけるよう、最大限の努力を傾注する所存ですので、みなさま方のさらなるご支援、ご協力を賜りますよう、お願い申し上げます。



# 理事長室から

## － SACLA の供用開始に向けて－

財団法人高輝度光科学研究センター  
理事長 白川 哲久

昨年8月号の本欄でSACLAが世界最短波長となるX線自由電子レーザーの発振に成功したことをご報告しました。

その後、SACLAは来月に迫った供用開始に向けて順調に調整運転を続けていますが、並行してJASRIでは登録施設利用促進機関として利用者選定や利用支援などの供用開始のための準備作業を鋭意進めてきました。

利用者選定に関しては、SACLA選定委員会のご意見を伺いながら、昨年10月6日から2012A期(3月～7月)の利用研究課題の公募をWeb上で開始し、日本放射光学会や日本中性子学会等25の関連学協会に公募のご案内をしたほか、11月24日には現地で見学会を含むSACLA利用ワークショップを、12月3日には東京にてSACLAシンポジウムを開催するなどして周知に努めました。その結果、12月15日の公募締切りまでに内外から55課題と、最初の利用期としては先行する米国のSLAC/LCLSを上回る応募が寄せられ、国内外の研究者の関心の高さを示す結果となりました。これらの応募課題はSACLA利用研究課題審査委員会において慎重な審査が行われた後、SACLA選定委員会のご意見を伺った上で1月下旬までにJASRIとして最初の利用研究課題となる25課題を選定し、各利用研究者に通知したところです(<http://sacla.xfel.jp/?p=1219>)。

これら25課題の内訳は、一般課題が13件、「生体分子の階層構造ダイナミクス」と「ピコ・フェムト秒ダイナミックイメージング」の重点戦略課題が12件となっており、所属機関別では大学等教育機関が10件、国公立試験研究機関等が7件、産業界から1件のほか、海外機関からも7件が選ばれました。

今後、諸準備を整えた上で、3月上旬にもいよいよSACLAの利用研究が開始されることとなります。

去る2月6日には、SCALAの新しい門出を祝うべく、理化学研究所とJASRIの共催でSACLA供用開始記念式典を姫路にて開催し、文部科学省や国会議員、地元関係者等のご来賓を含め多数の方々にご出席を賜りました。また、SACLAの建設・整備にご尽力頂いた企業の方々にもご出席頂き、感謝状の贈呈を行ったところです。その後の懇親会を含め、御出席の方々からはSACLAに対する大変高い期待が寄せられており、身の引き締まる思いが致しました。

ところで、昨年末、SPring-8にとって嬉しいニュースが飛び込んで来ました。米国サイエンス誌が毎年の年末に選定しているその年の科学研究の十大業績「ブレイクスルー・オブ・ザ・イヤー」として2011年は日本から2件が選ばれましたが、この2件はいずれもSPring-8での解析結果が元になった研究業績です(一つは小惑星探査機「はやぶさ」が持ち返った小惑星「イトカワ」の微粒子の分析、もう一つは光合成を触媒するタンパク質の構造解析)。来月にも供用が開始されるSACLAでは、さらに世界的に高い評価を受けるような研究成果が数多く生まれることが大いに期待されるのですが、JASRIとしてはSPring-8で培った実績と経験を最大限活かしながら、理化学研究所や利用研究者の方々と緊密に連携を取りつつ利用支援を始めとする業務をしっかりと果たし、SACLAから早期に素晴らしい研究成果が生まれるよう努めてまいり所存です。

## フロリゲン（花成ホルモン）の細胞内受容体の発見

奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
田岡 健一郎、大木 出、辻 寛之  
大阪大学 蛋白質研究所

児嶋 長次郎  
奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
島本 功

### Abstract

「フロリゲン」は花芽形成を誘導する植物ホルモンとして70年以上前に提唱されていたが、最近になってようやく、その分子実体が高等植物で広く保存されている遺伝子 *FLOWERING LOCUS T (FT)* にコードされている蛋白質であることが明らかになった。本研究において我々は、SPRING-8 BL41XUおよびBL44XUを用いた放射光実験により、FT相同蛋白質であるイネのフロリゲンHd3a、莖頂細胞の14-3-3蛋白質、転写因子の3者からなるフロリゲン活性化複合体の結晶構造を2.4 Å分解能で決定することに成功した。さらにイネ培養細胞および形質転換イネを用いた実験から、莖頂細胞の14-3-3蛋白質が細胞内でフロリゲン受容体として働くことや、フロリゲン活性化複合体がイネの花芽形成遺伝子の転写を活性化し、花成を誘導することを明らかにした<sup>[1]</sup> (図1)。

### はじめに

多くの植物は1年の決まった時期に花を咲かせ子孫を残す。この開花制御には日長が重要な役割を果たしている。1937年にロシアの研究者Chailakhyanは、日長の変化に応答して葉で作られた物質が莖頂に運ばれて花芽形成を誘導すると考え、そのような物質を花成ホルモン「フロリゲン」と名付けた。以後70年以上の間、フロリゲンの存在を支持する多くの実験結果が報告されたが、フロリゲンの実体は謎のままであった。しかし、近年になってシロイヌナズナFT蛋白質とその相同因子であるイネHd3a蛋白質がフロリゲンの分子実体であることが明らかにされた<sup>[2, 3]</sup>。FT蛋白質と相互作用する因子として、シロイヌナズナFDが報告されている<sup>[4, 5]</sup>。FDはbZip型の転写因子であり、FTとFDの両者の過剰発現によりfloral meristem identity geneの1つである*API*遺伝子の発現が誘導される。しかし、フロリゲンがどのようなメカニズムで下流の標的遺伝子の発現を活性化しているのかは不明であった。その活性化機構を明らかにするために、我々は未知の蛋白質-蛋白質間相互作用を簡便に検出、同定できる酵母ツーハイブリッド法(Y2H)を用いてスクリーニングを行い、複数のHd3a相互作用因子を

同定し、それらの詳細な相互作用解析を行った。

### 1. Hd3a-14-3-3-OsFD1の3者の蛋白質間の相互作用

フロリゲンによる花成誘導の分子機構を理解するために、イネcDNAライブラリーを用いた酵母ツーハイブリッド法(Y2H)によるHd3a相互作用因子の探索を行った。その結果、GF14c(イネ14-3-3)、OsKANADII(シロイヌナズナKANADIのイネホモログ)、OsBIP116b(シロイヌナズナWAVE DAMPENED2のイネホモログ)が得られた。また、データベースサーチから得られたOsFD1(シロイヌナズナFDのイネホモログ)もY2H法においてHd3aと相互作用した。GF14cを除く残り3つの相互作用因子のC末端には共通してSAPモチーフ(Ser-Ala-Pro)が見いだされた。この配列は、既に報告されていたFDにおけるFTとの相互作用モチーフ(Thr-Ala-Pro)と類似していた<sup>[4]</sup>。いずれのHd3a相互作用因子においても、SAPモチーフのアラニン置換によってY2H法においてHd3aとの相互作用が失われた。一方、*in vitro*での相互作用実験では、Hd3aとGF14cの間の相互作用は検出されたが、Hd3aとOsFD1の相互作用は検出できなかった。これらの実験結果と、SAPモチーフと14-3-3認

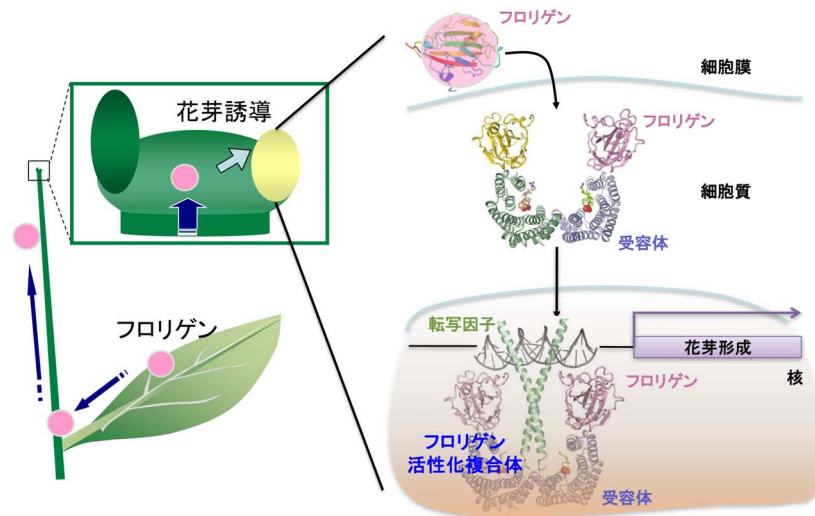


図1 フロリゲンの花成誘導機構

イネのフロリゲンは葉の維管束篩部伴細胞において花成誘導条件（短日条件）特異的に発現した後、おそらく篩管を經由して茎頂まで長距離輸送される。茎頂分裂組織の細胞内に到達したフロリゲンは細胞質で受容体と結合した後、転写因子依存的に核移行してフロリゲン-受容体-転写因子の3者からなるフロリゲン転写活性化複合体を形成する。この複合体は花芽形成遺伝子の転写を活性化し、花芽形成がスタートする。

識配列の類似性、さらにGF14cにSAPモチーフがないことから次のような仮説を立てた。すなわち、Hd3aとその相互作用因子は14-3-3を介して間接的に相互作用していると考えた。Y2H法において観察されたHd3aとその相互作用因子の間の結合は、Y2H法で用いる酵母の内在性の14-3-3を介した間接的なものであると説明できる。そこで、OsFD1とGF14cとの相互作用を調べたところ、両者は*in vitro*で相互作用した。さらに変異解析により、SAPモチーフ内のセリンのリン酸化が両者の相互作用に重要であることが示唆された。Hd3aと14-3-3の植物細胞内での相互作用は、イネ茎頂細胞の抽出液を用いた共免疫沈殿解析から確かめられた。共免疫沈殿解析では、可溶性の抗原と抗体が特異的に反応して不溶化し沈殿する免疫沈降反応を利用しており、目的蛋白質と相互作用する蛋白質との複合体を回収することで、生体内での蛋白質間相互作用を解析できる。

## 2. フロリゲン活性化複合体（FAC）の結晶構造

Hd3a、GF14およびOsFD1の相互作用の詳細を調べるため、SPRING-8 BL41XUおよびBL44XUを用いた放射光実験（課題番号：2011A1890、2010B1595、2010B6509、2010A1125、2010A6509）により、こ

れら3者からなる蛋白質複合体の立体構造解析を行い、結晶構造を2.4 Å分解能で決定することに成功した（PDB ID: 3AXY）。結晶化にあたっては、OsFD1はY2Hより判明していたGF14との結合に必要な十分なリン酸化されたSer192を含むC末端の9アミノ酸断片を用いた。得られた複合体構造ではHd3a、GF14、OsFD1それぞれ2分子ずつからなるW字型のヘテロ6量体を形成しており、ダイマーを形成したGF14のW字の底にあるくぼみにリン酸化されたOsFD1がはまり込み、その上側にHd3aが1分子ずつ左右対称に離れて結合していた（図2）。

Hd3aとOsFD1の間に直接的な相互作用はみられず、Hd3aとOsFD1はGF14に対して独立に結合するというY2H実験の結果と一致していた（図3）。GST融合蛋白質を用いて相互作用する蛋白質を解析するGSTプルダウンアッセイにおいて、GF14が存在する場合のみHd3aとOsFD1は結合が見られることから、GF14はフロリゲンであるHd3aと転写因子OsFD1を結びつける役割を果たし、これら3者からなる複合体がフロリゲンシグナル伝達の本体であると考えられた。そこで、我々はこの3者複合体をフロリゲン転写活性化複合体（Florigen Activation Complex; FAC）と名付けた。

14-3-3蛋白質はリン酸化されたアミノ酸を認識す

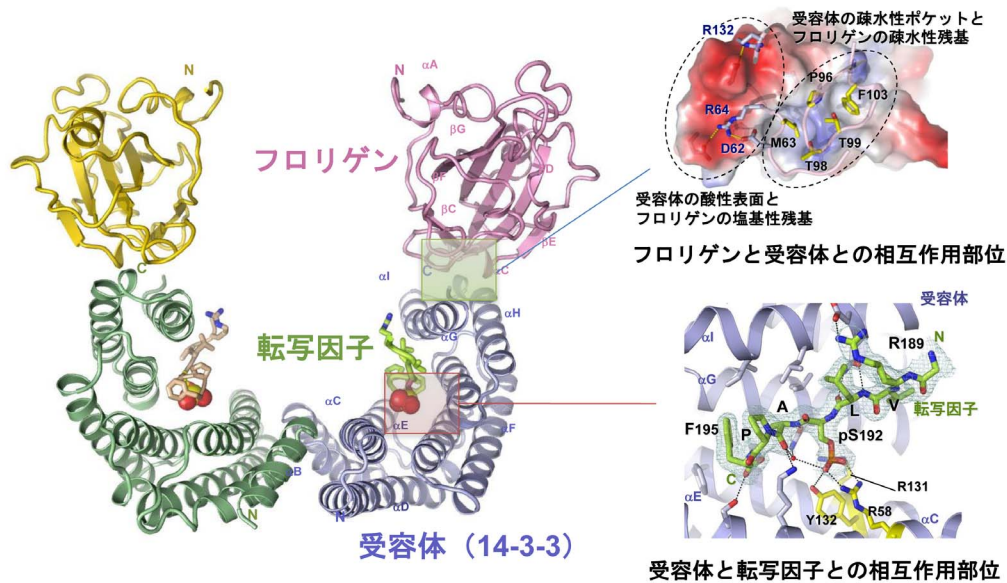


図2 フロリゲン転写活性化複合体の結晶構造

フロリゲン転写活性化複合体はフロリゲン-受容体-転写因子の3者からなり、受容体が2量体を形成することでヘテロ6量体として存在する。フロリゲンと受容体との相互作用領域は、受容体の酸性表面とフロリゲンの塩基性アミノ酸からなる静電的相互作用部位と、受容体の疎水性ポケットとフロリゲンの疎水性アミノ酸からなる疎水性部位で構成されている。受容体と転写因子との相互作用は典型的な14-3-3蛋白質とリン酸化ペプチドとの相互作用様式に類似している。

るドメインとして知られているが<sup>[6]</sup>、GF14とHd3aの相互作用はリン酸化非依存的であり、それらとはかなり異なる結合様式を見せていた。GF14とHd3aの相互作用は、Hd3aのループ領域に存在する2つの突き出た塩基性アミノ酸残基 (Arg64、Arg132) がGF14上部にある酸性のくぼみに錨のようにはまり込み、さらにHd3a本体はGF14のC末端ヘリックスの間にある疎水性の溝と広く相互作用していた (図2右上)。一方、リン酸化されたOsFD1とGF14の相互作用は、これまで多く報告されている14-3-3蛋白質とリン酸化ペプチドの結合様式に類似していた<sup>[6]</sup>。OsFD1のリン酸化されたSer192がGF14の塩基性のリン酸化ペプチド結合ポケットにはまり込み、さらにSAPモチーフ全体も認識されていた (図2右下)。

立体構造解析では一般に相互作用しているアミノ酸がもれなく全て分かるため、点変異等による解析と比較して、種間での相互作用の保存性が正確に見積もれる事が大きな利点の1つである。そこで、イネのFACで観察された相互作用に関わるアミノ酸の保存性を他の植物種間で比較して調べたところHd3a-GF14、GF14-OsFD1共に高等植物で高度に保存されており、これらの相互作用がイネ同様存在す

る可能性が示唆された。また、シロイヌナズナやトマトにおいて、フロリゲンと14-3-3蛋白質が実際に相互作用することが報告されている<sup>[7, 8]</sup>。

これらの事により、フロリゲン-14-3-3-転写因子の相互作用は、植物全般に共通して存在する花成誘導経路であると考えられる。

### 3. プロモーターDNA上でのFAC

bZip型転写因子としてのOsFD1を含むFACは、実際の細胞内では花芽形成遺伝子 *OsMADS15* (シロイヌナズナ *API* ホモログ) のプロモーター領域に結合して、転写活性化を行っていると考えられる<sup>[9]</sup>。しかし、得られた結晶構造はDNAを含んでいないため、このFACが実際にプロモーターDNA上で形成出来るかどうかは不明であった。それを調べるため、シロイヌナズナ *API* プロモーター上のC-box DNA (GACGTC) を用いてFACとDNAの結合をゲルシフトアッセイを行って調べた。ゲルシフトアッセイでは、DNAに蛋白質が結合するとDNAのみの場合と電気泳動での移動度が異なることを利用しており、DNAと蛋白質との結合が明確に解析できる。その結果、DNAに対してOsFD1、GF14、Hd3aを順に加えていくとDNAの段階的なスーパー



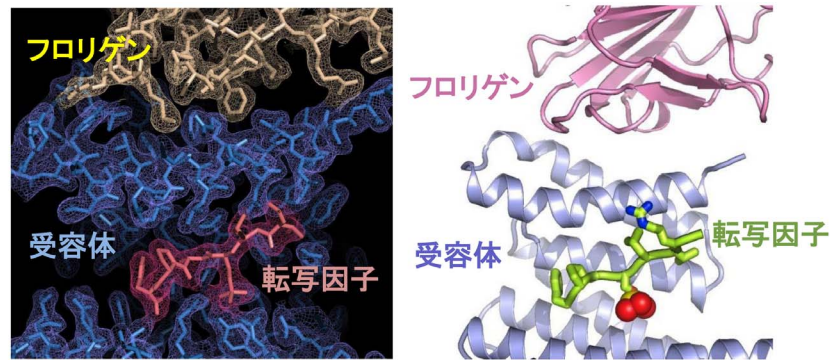


図3 フロリゲンと転写因子との相互作用

フロリゲン転写活性化複合体の電子密度マップとそのリボン図を示す。フロリゲン転写活性化複合体の結晶構造ではフロリゲンと転写因子との接触は見られない。これらは生化学的な相互作用解析やNMRやITCなどの物理化学実験の結果と一致している。

シフトが見られ、実際にプロモーターDNA上で安定なFACが形成される事が判明した。

このFAC-DNA複合体中でのHd3aの位置づけを確認するため、FAC-DNA複合体のモデル構造を報告されている動物のbZip-DNA複合体構造を基に作成した(図1右下)。モデルでは、Hd3aはGF14とOsFD1をDNAに安定に保持するように位置し、この配置がHd3aの転写活性化や花成誘導能に関係しているものと予想された。

#### 4. Florigen Activation Complexの形成メカニズム

次にFACが細胞内で構築されるメカニズムを調査し、この複合体がダイナミックな細胞内局在変化を伴って形成されることが明らかとなった。はじめに3蛋白質の細胞内局在を観察したところ、Hd3aは核と細胞質に、GF14bはほとんどが細胞質に、OsFD1は核にのみ局在しており、複合体を形成するはずの3者の局在がそれぞれ異なっていることが分かった。そこで次にHd3a-GF14b複合体の形成を2分子蛍光相補(BiFC)法によって検討した。BiFC法では蛍光蛋白質を2つの断片に分けて相互作用の有無を検討する2種の蛋白質にそれぞれ導入し、2種の蛋白質が相互作用したときだけ蛍光が検出されるため、生きている細胞内での分子間相互作用の検出が可能である。Hd3a-GF14b複合体はGF14bの存在する細胞質で形成されることが分かったが、OsFD1の核局在とオーバーラップしていないため、複合体を結びつけるメカニズムが存在すると考えられる。そこで私たちはHd3a-GF14b複合体の存在化でさらにCFP-OsFD1を共発現させる

実験を行った。ここでCFP-OsFD1は青色蛍光蛋白質であるCFPとOsFD1との融合蛋白質である。その結果Hd3a-GF14b複合体が細胞質から核へ局在を変え、3者が核に集まることが観察された。このことから、Hd3aははじめに細胞質でHd3a-GF14b複合体を形成した後、核移行してOsFD1と相互作用していると考えられる(図1)。

私たちはHd3a-GF14b-OsFD1複合体の形成をさらに検証するために、BiFC法とFRET/FLIM法(蛍光エネルギー共鳴移動/蛍光寿命イメージング測定法)を組み合わせたバイオイメージング実験を行った。この実験では、青色蛍光蛋白質CFPと黄色蛍光蛋白質Venusが近接すると蛍光エネルギー共鳴移動(FRET)が生じ、CFPの蛍光寿命が短縮する現象を利用してイメージング測定(FLIM)を行う。すなわちHd3a-GF14b複合体をBiFC法によって再構成したVenusで可視化し、さらにCFP-OsFD1を共発現させると、3者が相互作用していればCFP-Venus間が近接してCFPの蛍光寿命が短縮することが期待される。実際に蛍光寿命の測定実験を行ったところ、Hd3a-GF14b(BiFC)とCFP-OsFD1が共存した時だけCFPの蛍光寿命の短縮(FLIM)が観察された。このことから、細胞内においてもHd3a-GF14b-OsFD1複合体が実際に形成されていることが強く示唆された。

#### 5. Hd3aによる花芽形成促進には14-3-3との相互作用が必要である。

さらに、多数の形質転換イネを用いた実験から、FACの形成が花芽形成に必要なことが明らか

になった。Hd3aは葉の維管束で発現することから、維管束特異的に強い活性を持つrolCプロモーターによってHd3aを発現させたところ、形質転換イネの出穂は顕著に促進される。この時Hd3aに14-3-3との相互作用を失わせる変異を導入すると、試した4種類の変異すべてにおいて花成の促進機能が失われることが分かった(図4)。すなわちHd3aが開花促進能力を発揮するためには14-3-3との相互作用が必須であると言える。これら相互作用を失わせる変異体のデザインにはNMRによる相互作用解析が有効であった(図4右)。

おわりに

本研究から、14-3-3蛋白質はフロリゲンHd3aの細胞内受容体として機能すると考えることができる。フロリゲンHd3aは葉で合成された後、茎頂まで長距離移動する。Hd3aは、茎頂の細胞に到達した後、細胞質で14-3-3に受容され、Hd3a-14-3-3複合体を形成する。Hd3a-14-3-3複合体は核へ移動し、OsFD1とさらに高次の複合体FACを構築して花芽形成遺伝子の発現をスタートさせるのである(図1)。また、最近フロリゲンは花成のみならず植物の発生の多様な局面を制御することが明らかにされつつある<sup>[10, 11]</sup>。FACモデルはこの多機能性をも説明できると考えられる。14-3-3は多数の転写因子と結合可

能であるから、Hd3aが14-3-3に受容された後、転写因子部分を変化させることで多様な機能を発揮できるという仮説である。従って、これらのメカニズムを踏まえてフロリゲン複合体の形成と機能を調節すれば、将来的に作物生産上重要な形質の改良に貢献できるであろう。

参考文献

- [1] Taoka, K., Ohki, I., Tsuji, H. et al.: 14-3-3 proteins act as intracellular receptors for rice Hd3a florigen. *Nature*, **476** (2011) 332-335.
- [2] Corbesier, L., Vincent, C., Jang, S. et al.: FT protein movement contributes to long-distance signaling in floral induction of Arabidopsis. *Science*, **316** (2007) 1030-1033.
- [3] Tamaki, S., Matsuo, S., Wong, H. L. et al.: Hd3a protein is a mobile flowering signal in rice. *Science*, **316** (2007) 1033-1036.
- [4] Abe, M., Kobayashi, Y., Yamamoto, S. et al.: FD, a bZIP protein mediating signals from the floral pathway integrator FT at the shoot apex. *Science*, **309** (2005) 1052-1056.
- [5] Wigge, P. A., Kim, M. C., Jaeger, K. E. et al.: Integration of spatial and temporal information during floral induction in Arabidopsis. *Science*,

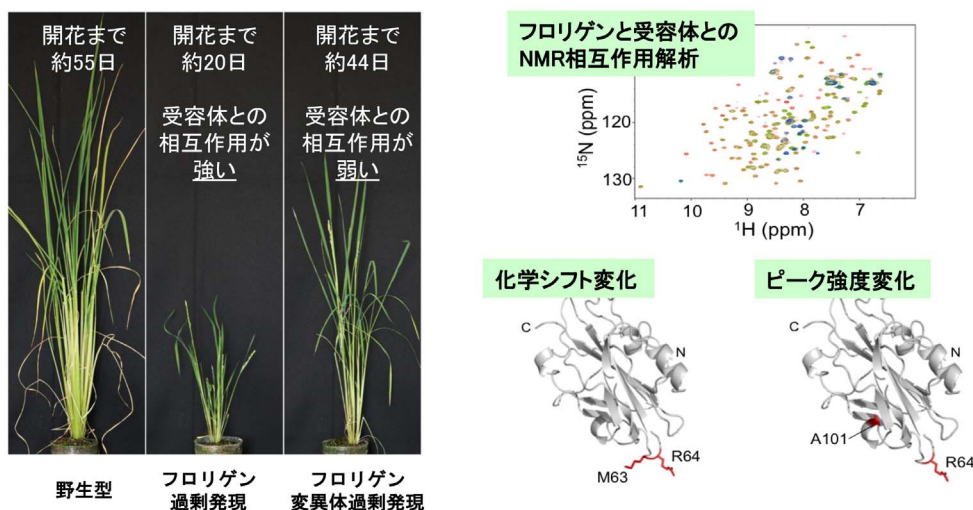


図4 形質転換イネによる機能解析

フロリゲンを過剰発現させることで開花が促進される。受容体と相互作用できないフロリゲン変異体を過剰発現させたところ、開花がほとんど促進されない。開花を促進するためには受容体との結合が必須であると考えられる。受容体とフロリゲンの相互作用部位は複合体の結晶構造に加えてNMRでも解析した。受容体と相互作用できないフロリゲン変異体のデザインにはNMRによる相互作用解析が有効であった。

- 309** (2005) 1056-1059.
- [6] Yaffe, M. B., Rittinger, K., Volinia, S., et al.: The structural basis for 14-3-3: phosphopeptide binding specificity. *Cell* **91** (1997) 961-971.
- [7] Pnueli, L., Gutfingera, T., Hareven, D., et al.: Tomato SP-interacting proteins define a conserved signaling system that regulates shoot architecture and flowering. *Plant Cell* **13** (2001) 2687-2702.
- [8] Lifschitz, E., Eviatar, T., Rozman, A., et al.: The tomato FT ortholog triggers systemic signals that regulate growth and flowering and substitute for diverse environmental stimuli. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **103** (2006) 6398-6403.
- [9] Komiya, R., Ikegami, A., Tamaki, S., et al.: Hd3a and RFT1 are essential for flowering in rice. *Development* **135** (2008) 767-774.
- [10] Shalit, A., Rozman, A., Goldshmidt, A., et al.: The flowering hormone florigen functions as a general systemic regulator of growth and termination. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **106** (2009) 8392-8397.
- [11] Krieger, U., Lippman, Z. B. and Zamir, D.: The flowering gene SINGLE FLOWER TRUSS drives heterosis for yield in tomato. *Nature Genet.* **42** (2010) 459-463.
- 田岡 健一郎 *TAOKA Ken-ichiro*  
奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
〒630-0101 奈良県生駒市高山町 8916-5  
TEL : 0743-72-5506  
e-mail : ktaoka@bs.naist.jp
- 大木 出 *OHKI Izuru*  
奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
〒630-0101 奈良県生駒市高山町 8916-5  
TEL : 0743-72-5576  
e-mail : i-ooki@bs.naist.jp
- 辻 寛之 *TSUJI Hiroyuki*  
奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
〒630-0101 奈良県生駒市高山町 8916-5  
TEL : 0743-72-5501  
e-mail : tsujih@bs.naist.jp
- 児嶋 長次郎 *KOJIMA Chojiro*  
大阪大学 蛋白質研究所  
〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 3-2  
TEL : 06-6879-8598  
e-mail : kojima@protein.osaka-u.ac.jp
- 島本 功 *SHIMAMOTO Ko*  
奈良先端科学技術大学院大学 バイオサイエンス研究科  
〒630-0101 奈良県生駒市高山町 8916-5  
TEL : 0743-72-5500  
e-mail : shimamoto@bs.naist.jp

## 低環境負荷に貢献するソフトマテリアルの新しい接着技術

九州大学 先導物質化学研究所  
科学技術振興機構 ERATO 高原ソフト界面プロジェクト  
高原 淳  
株式会社デンソー 材料技術部  
岡本 泰志  
株式会社デンソー 半導体実装開発部  
泉 隆夫  
株式会社デンソー 材料技術部  
青木 孝司  
科学技術振興機構 ERATO 高原ソフト界面プロジェクト  
小林 元康

### Abstract

環境に優しい接着技術に着目し、1) 放射光微小角入射広角 X 線回折 (GIWAXD) を利用したポリブチレンテレフタレート (PBTT) の表面脆弱相の存在の解明に基づく自動車の軽量化に貢献するエンジニアリングプラスチックの接着技術、2) 放射光小角 X 線散乱による高分子電解質の分子鎖形態の塩濃度依存性の解明に基づいた環境に優しい水を膨潤剤とする接着と塩水溶液による剥離が自在にできるポリマーブラシを用いた接着技術について解説する。

### 1. 緒言

接着現象は被着体である材料表面の構造・物性のみならず接着剤の物性にも密接に関係しており、これらは高分子化学、物理化学、界面化学に関連づけられる。さらに接着を対象とする材料も、高分子のみならず金属、セラミクス、複合材料などきわめて多くの種類にわたっている。

一方、接着の応用技術は自動車、船、航空機、鉄道車両、橋梁、建築物、医療、情報機器、電子機器、包装など多くの産業分野で接着が応用されている。特に自動車、情報機器では材料の軽量化として極めて重要な技術となっており、その信頼性の確立、さらにリサイクル性なども求められている。さらに様々な分野で使いたいときに接着し、不要なときに解体する易解体性材料も環境問題の観点から注目を集めている。

本稿では環境に優しい接着技術に着目し、1) 自動車の軽量化に貢献するエンジニアリングプラスチックの接着技術、2) 環境に優しい接着、剥離が自在にできるポリマーブラシを用いた接着技術について解説する。

### 2. 自動車の軽量化に貢献するエンジニアリングプラスチックの接着技術

近年、自動車を取り巻く環境は大きく変化しており、安全性、環境適合性、快適性、および利便性が要求されている<sup>[1]</sup>。自動車業界ではこれらの要求を満足する製品化が進んでおり、省エネのための軽量化や製品小型化のための電子化が着実に進展している。これに伴い、自動車部品の材料は鉄から樹脂やアルミニウムに変わり、エレクトロニクス製品は小型化、高密度実装化が進んでいる。その結果、部品間の接合は従来の溶接、ろう付け、はんだ等の金属接合から、接着、樹脂溶着等の接合方法に変わりつつある。

一方、自動車部品は高い信頼性を要求されるため、高度の接着信頼性が必要である。高度の接着信頼性を確保するためには、初期の接着強度を向上させ界面剥離から凝集破壊モードに変える接着性制御技術と、応力印加環境下でも破壊しないような接着接合の寿命向上技術の2つが必要である。従来、接着接合は接着剤あるいは、被着体のバルク物性、組成の解析によりそのメカニズムを検討するのが中心で



あった。しかし、近年筆者らの研究により、高分子表面ではバルクに比較して分子鎖熱運動性が活性化しており、高分子表面とバルクとでは異なった物性を発現することが明らかになってきた<sup>[2]</sup>。そこで、ナノメートルオーダーレベルでの高分子表面の物性を解析し、接着のメカニズムを解明することができれば、接着制御技術、寿命向上技術の開発が可能となり、高い接着信頼性を確保できると考えられる。

本研究では、接着接合を適用している自動車部品の約30%を占めるポリブチレンテレフタレート(PBT)樹脂<sup>[3]</sup>とエポキシ接着剤の組み合わせを接着接合の代表事例として選定した。PBT樹脂は一般に成形加工後、接着処理前に寸法安定性<sup>[4]</sup>を高める目的で熱処理(アニーリング)を実施するが、これまでこのアニーリングにより接着性が低下する現象が多く報告され、接着性低下メカニズムの解明および接着性向上の対策が急務であった<sup>[5]</sup>。

### 2-1 接着試験試料の調製

被着体には添加剤フリーのPBT樹脂(重量平均分子量 $M_w = 29$  k、分散度 $M_w/M_n = 1.81$ )を用いた。PBTサンプルはSiウエハ上にスピんキャスト法で薄膜を調製した。1.0 wt% PBT/HFIP(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol)溶液を空气中、室温、3000 rpm、60秒間の条件で成膜した。513 Kで10分間加熱した後急冷して、PBTをアモルファスとした。このPBTを減圧下453 Kでアニーリングした。接着強度試験用サンプルは、PBT薄膜上に2 mm × 2 mmの穴を開けたテフロンテープを貼付し、接着剤を塗布してM4ナットを接着した。接着剤には添加剤フリーのエポキシ樹脂(ジャパンエポキシレジン社製、主剤; エピコート828、硬化剤; エポメートB002)を用いて、主剤/硬化剤 = 100/60 (wt/wt)の割合で混合し、室温で7日間硬化した。

### 2-2 アニーリング時間による接着強度の変化

接着強度は引張試験機を用いて接着面積4 mm<sup>2</sup>、引張速度5 mm/minの条件で大気中、室温で評価した。

接着強度試験後の破断面を原子間力顕微鏡(AFM、エスアイアイナノテクノロジー製E-sweep、AFMモード、プローブSI-AF01、Si製、矩形、ばね定数0.12 N/m、探針の先端径10 nm)にて評価した。

Fig. 1(◆)はアニーリング時間を変化した時の引

張接着強度の変化である。アニーリング時間に伴い、接着強度は低下した。接着強度試験後の破断面をAFMにより観察し、破壊領域と非接着領域の平均高さの差を破壊深さとして求めたところ、Fig. 1(■)に示したようにアニーリング前は破壊深さ0(界面破壊)であったのに対し、アニーリング20時間後は約4 nm(PBTの凝集破壊)であることを確認した。この結果からアニーリングによりPBT表面に力学的に弱い層(WBL: Weak Boundary Layer)<sup>[6]</sup>が生成することが示唆された。

### 2-3 アニーリングによる表面結晶凝集状態の変化

熱処理前後でのPBTの表面領域をサンプリング後のゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)測定の結果WBLが低分子成分の表面凝縮ではないことが明らかになったため、アニーリングにより表面とバルクの結晶性に差が生じたのではないかと考え、微小角入射広角X線回折法(GIWAXD)<sup>[6]</sup>による評価を行った。アニーリング前後のPBTの表面およびバルクの結晶性をGIWAXD<sup>[7]</sup>、SPring-8、BL13XUビームライン、波長0.1117 nm、スリット0.06 mm × 0.20 mm、露光時間3秒/step、2θ = 4~27度、間隔0.05度/step、入射角 $\alpha_1 = 0.09$ 度または0.18度)にて評価した。得られたGIWAXDプロファイルに対してGaussおよびLorentz関数を用いて波形分離を行い、結晶由来およびアモルファス由来のピーク面積比から見かけの結晶化度を算出した。

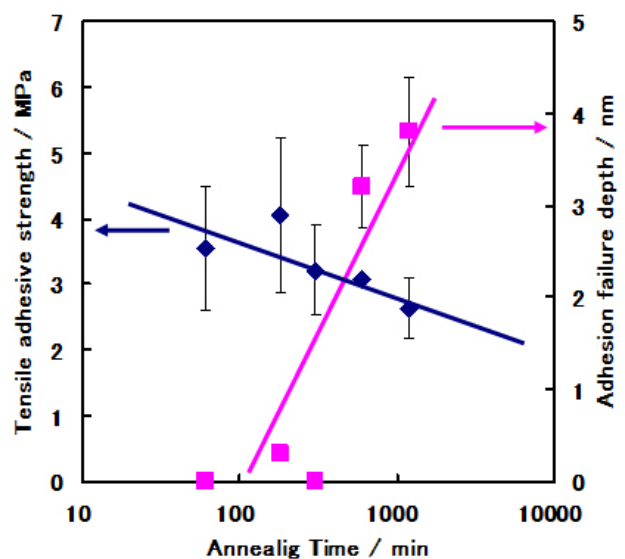


Fig. 1 アニーリング時間による接着強度(◆)と接着面の破壊深さ(■)の変化

Table 1 アニーリングによるPBT表面・バルクの見かけの結晶化度変化

	Apparent Crystallinity (%)	
	Surface	Bulk
Original	35	41
Annealing	52	57

Table 1はアニーリング前後の結晶化度である。アニーリングにより見かけの結晶化度は表面、バルク共に向上したが、表面の見かけの結晶化度はバルクより低い値を示した。表面結晶化度と破壊深さの結果 (Fig. 1◆) から、WBLはアニーリング後に表面数nmに残存する非晶層ではないかと考えられる。ただし、Table 1に示すようにアニーリング前も見かけの結晶化度はバルクよりも表面の方が低い。これはWBLが約4 nmに対してX線のしみこみ深さが約10 nmであり、アニーリング後は表面の結晶化度にバルクの情報を含んでいるため本来のWBLの結晶化度よりも大きくなっていることが考えられる。しかし本結果のみではWBLが非晶層であることを確認できないため、表面の力学物性の解析を行った。

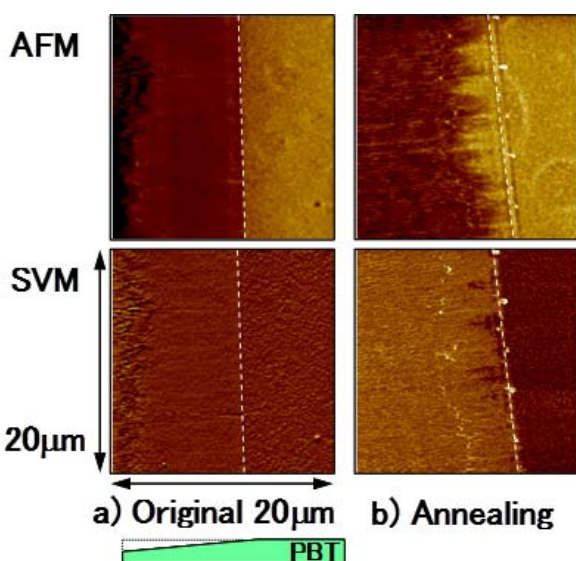


Fig. 2 アニーリングによる表面・バルクの弾性率変化  
a) アニーリング前 b) アニーリング後AFMは原子間力顕微鏡像、SVMは弾性率の二次元分布を示す。白破線：切削開始点

## 2-4 表面力学物性解析

アニーリング前後の表面とバルクの力学物性を評価するために、PBTを表面界面切削解析装置 (SAICAS)<sup>[7]</sup>、ダイプラ・ウィンテス製NN-04、切削角度0.06度)を用いて斜め切削し、走査粘弾性顕微鏡 (SVM)<sup>[8]</sup>、エスアイアイナノテクノロジー製E-sweep、VE-AFMモード、プローブSI-AF01、ばね定数0.12 N/m)により表面力学物性を評価した。

Fig. 2は、アニーリング前後の形状像 (AFM) と弾性率像 (SVM) である。図中、白破線が切削開始点であり、破線の右側が表面、左側がバルクである。アニーリング前 (a) のSVM像では表面とバルクの間でコントラストはほぼ等しい、すなわち弾性率に差は見られなかった。アニーリング後 (b) のSVM像では表面とバルクでコントラストが生じていた。SVM像においては弾性率が高いほうが明るく表示されるので、表面はバルクに比較して弾性率が低いことが明らかとなった。SVM測定では、同一サンプル内の弾性率の相対比較が可能であり、アニーリング前後の弾性率の絶対値を高精度で行うことは極めて困難である。しかし、アニーリングにより結晶化度が増大していることから、バルクの結晶性が向上したのに対して表面層では非晶分子が残存したため弾性率が低下したと考えられる。すなわち前節の仮説を支持する結果といえる。

## 2-5 アニーリングによる結晶配向性の変化

PBTの接着においては分子中のエステル結合のC=O官能基が接着性に関与していると考えられる。

Fig. 3はPBTの結晶単位格子<sup>[3e]</sup>である。C=O基に注目するとb軸に平行である。アニーリングにより結晶化度が増大する。結晶化が進行する際に表面の微結晶の配向性が変化し、C=O官能基の向きが変化するのではないかと考え、GIWAXDの面外 (out-of-plane) 測定を行った。out-of-plane測定では、サンプル表面に対して平行な結晶面からの回折が得られる。

Fig. 4は、アニーリング前後のPBT表面のout-of-plane GIWAXDプロファイルである。図中の $q$  ( $\text{nm}^{-1}$ ) は、 $4\pi \sin\theta/\lambda$  ( $\theta$ : Bragg角、 $\lambda$ : 入射X線の波長) で表される散乱ベクトルである。ここでb軸と平行なC=O官能基の向きに対して、垂直な(010)面由来のピーク ( $q_{\perp} = 12.3 \text{ nm}^{-1}$ ) と平行な(100)面由来のピーク ( $q = 16.4 \text{ nm}^{-1}$ ) に注目した。アニーリング前と比較して、アニーリング後には(010)

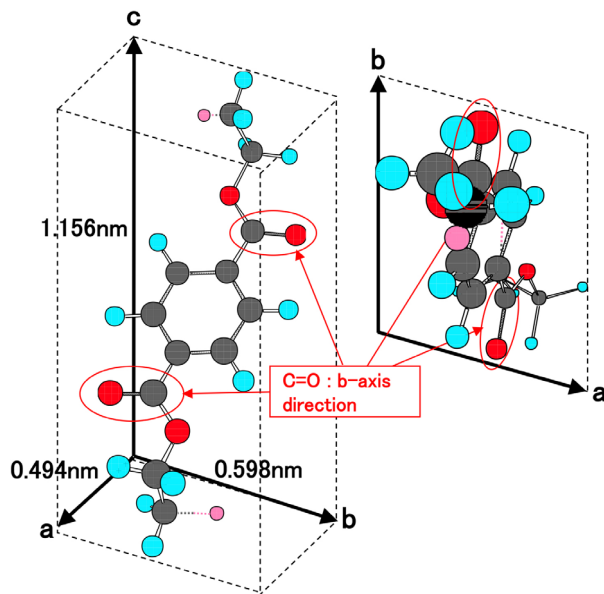


Fig. 3 PBTの結晶単位格子<sup>[3e]</sup>

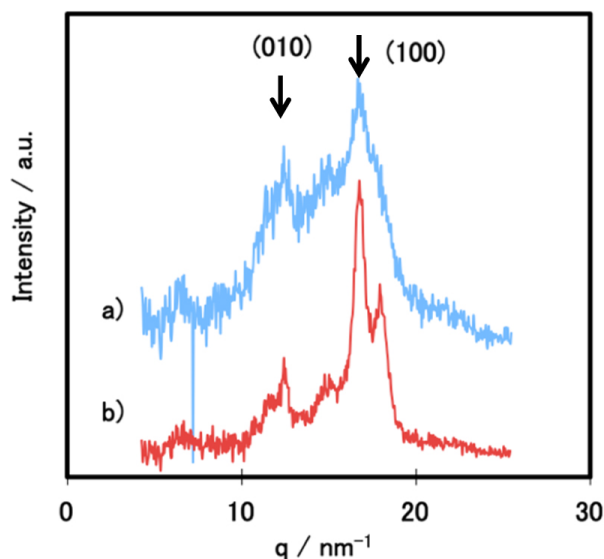


Fig. 4 PBT表面のGIWAXD Out-of-plane回折プロファイル a) アニール前 b) アニール後

面からの回折が弱くなっているように見える。しかし  $q = 16.4 \text{ nm}^{-1}$  のピークには (011) 面由来のピーク ( $q = 16.1 \text{ nm}^{-1}$ ) が重なっている<sup>3c)</sup>。そこで得られたGIWAXDプロファイルに対してGaussおよびLorentz関数を用いて波形分離を行い、(010)面および(100)面由来のピーク面積比を計算し、Table 2に示した。

アニールにより(010)面からの回折が弱くなっており、PBT表面の結晶配向性が(100)面優

先であることが確認された。この結果より、Fig.5に示すようにC=O官能基がアニール後には内部にもぐりこむ構造モデルが提案できた。

## 2-6 接着低下メカニズム

以上の結果からアニールによるPBTの接着性低下メカニズムをFig. 6のように考察した。

すなわち、アニールによってPBTの結晶化は進行するが表面10 nm以下の領域に非晶層が残存し、C=O官能基が内部にもぐりこむことによりWBLが生成する。エポキシ接着剤はWBL<sup>[9]</sup>に浸透して内部でC=O官能基と相互作用して接着するためWBLとバルク間で力学特性に差が生じ、その境界で破壊し接着強度が低下すると考えられる。

## 2-7 接着性向上の検討

本知見より、接着性を向上させるためには表面に生成したWBLを選択的に除去することが有効であると考えられる。アニール後のPBTを表面処理し、接着性向上を検討した。表面処理には大気圧プラズマ処理装置(松下電工製Aiplasma)を用いてAr 2.14 L/min、O<sub>2</sub> 27 mL/min、高周波周波数

Table 2 アニールによるPBT表面の(010)/(100)回折強度の変化(Out of plane GIWAXD)

	Ratio of peak area (010)/(100)
Original	0.56
Annealing	0.27

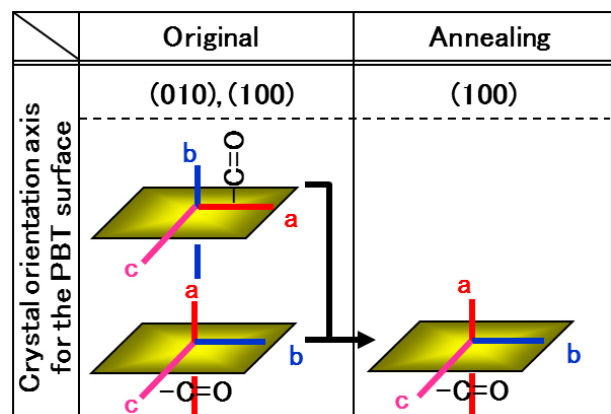


Fig. 5 アニールによるPBT表面の結晶配向状態の変化



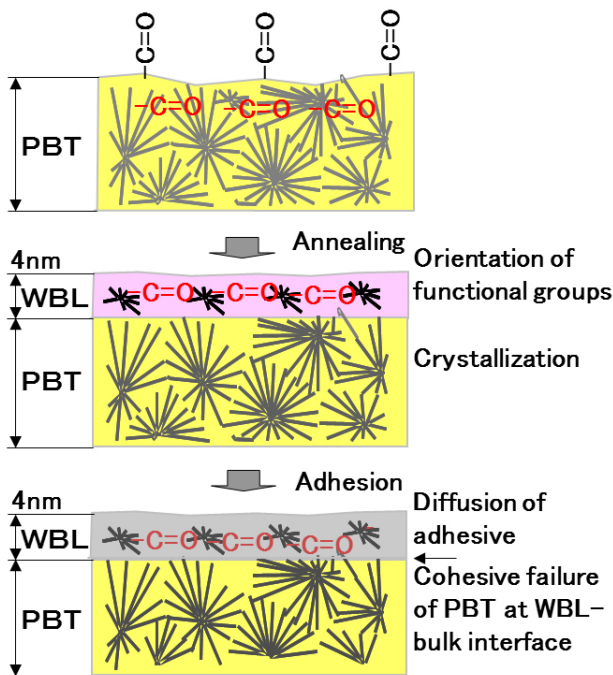


Fig. 6 アニールによるPBTのエポキシ接着界面の接着性低下メカニズム

13.56 MHz、出力 140 W の条件でプラズマを発生させ、走査距離 5 mm、走査速度 30 mm/s (5 mm ピッチ) で 1 回処理した。また処理前後の表面元素組成および官能基組成を X 線光電子分光分析装置 (XPS、アルバック・ファイ製 APEX、Al  $K_{\alpha}$  (1486.7 eV)、14 kV、200 W、検出角度 45 度) により分析した。PBT 表面をプラズマ処理に伴う接着強度の変化を Fig. 7 に示した。X 軸は表面に導入された COO 基の分率であり、プラズマ処理時間に対応する。

オリジナル (■)、アニール後 (▲) に比較してプラズマ処理後 (◆) の接着性は大幅に向上することが確認された。このとき表面官能基組成を XPS にて評価した結果、COO 基などの含酸素官能基が増加していることが明らかになった。すなわちプラズマ処理により WBL が除去されるとともに、導入された COO 基などの含酸素官能基と接着剤が相互作用して強い接着性が発現したものと考えられる。

### 3. 環境に優しい接着、剥離が自在に出来るポリマーブラシを用いた接着技術

高密度に表面から直接グラフトされたイオン性高分子ブラシを有する表面はバルクとは異なる摩擦特性や濡れ性、防汚性を示すことが知られている。特に、高分子電解質ブラシ同士が接する界面は静電引力ま

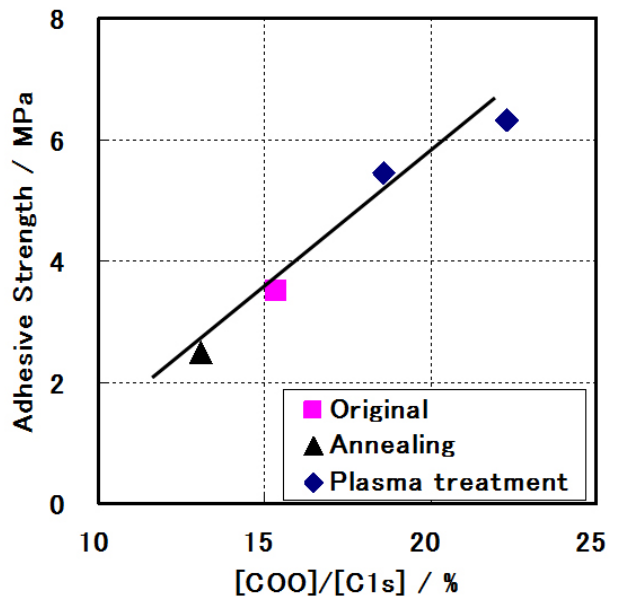


Fig. 7 PBT 表面の COO 基濃度と接着強度の関係

たは静電反発相互作用による接着や低摩擦特性が現れる特異点と考えることができる。本研究では、まず高分子鎖の分子特性解析の重要性に着目し、本接着系の一成分である poly (2-methacryloyloxyethyl) trimethylammonium chloride) (PMTAC) の塩水溶液中での分子鎖形態の塩濃度依存性を小角 X 線散乱により評価した。さらに種々のイオン性高分子ブラシを平面基板上に表面開始グラフト重合により調製し、両ブラシ表面間にはたらく静電相互作用を利用した接着とその可逆性について評価した<sup>[10]</sup>。

#### 3-1 高分子電解質の塩水溶液中での分子鎖形態

分子量の制御が比較的容易な原子移動ラジカル重合により PMTAC を合成し、その種々のイオン濃度における分子鎖形態を BL03XU における溶液小角 X 線散乱により評価した。X 線の波長は 0.10 nm、カメラ長は 2180 mm、ポリマーの重量平均分子量は 73000 である。Fig. 8 (a) は種々の濃度の PMTAC ( $C_p$ , g cm<sup>-3</sup>) の NaCl 水溶液 (1.0 M) での SAXS プロファイルである。 $\Delta I(q)$  の  $q$  (nm<sup>-1</sup>) 依存性は Debye 関数で記述でき、得られたランダムコイルのサイズに対応する回転半径  $\langle S_z^2 \rangle_z^{1/2}$  (Fig. 8 に挿入図に定義) は 4.3 nm であった。3.0 M の NaCl 溶液中の PMTAC の回転半径も約 4.2 nm であった。また、いずれの SAXS 曲線も  $q = 1.0$  nm<sup>-1</sup> 領域では同じ傾きを示したことから PMTAC は高分子濃度が変化してもランダムコイルの形状を形成

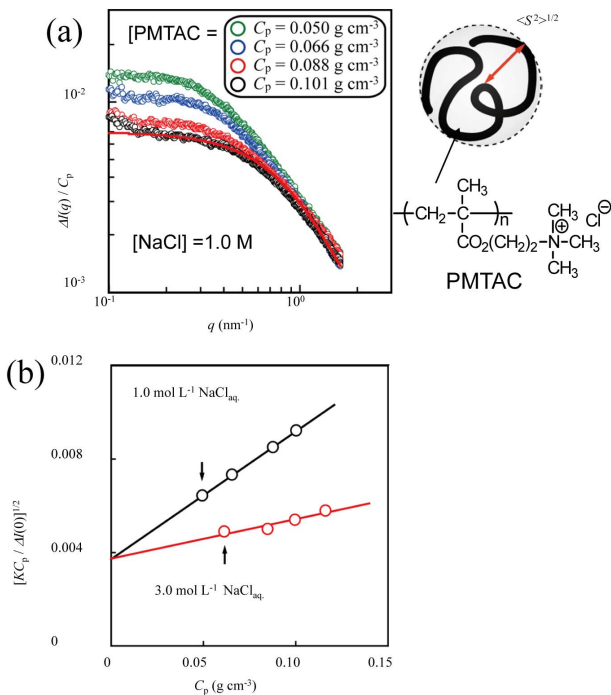


Fig. 8 (a) 種々の濃度のPMTAC ( $C_p$ , g cm<sup>-3</sup>) の 1.0 M NaCl水溶液中におけるSAXSプロファイル（プロット）とDebye関数によるフィッティング曲線（実線）、およびランダムコイル状態での回転半径の定義図、(b) 1.0 および 3.0 M NaCl水溶液における  $[K C_p / \Delta I(0)]^{1/2}$  とポリマー濃度  $C_p$  との関係。Kは光学定数。

していることが明らかである。

一方、PMTACの溶媒との相互作用の強さを示す第2ビリアル係数  $A_2$  はFig. 8 (b) に示す过剩散乱  $\Delta I(0)$  の逆数と高分子濃度  $C_p$  プロットから評価できる。 $\Delta I(0)$  はFig. 8 (a) の  $\Delta I(q)/C_p$  より求められる。1.0 M および 3.0 M の NaCl水溶液中におけるPMTACの  $A_2$  は  $2.0 \times 10^{-4}$  および  $6.3 \times 10^{-5}$  g<sup>1</sup> cm<sup>3</sup> mol である。塩濃度の増加に伴う  $A_2$  の減少は、PMTACのアンモニウムイオンの静電的な反発が水和イオンで遮蔽されることを示している。このような分子鎖形態のイオン濃度依存性が基板に固定化した高分子電解質系でも成立すると仮定して、高分子電解質ブラシを用いた接着・剥離技術を以下のように提案した。

### 3-2 高分子電解質ブラシを用いた接着・剥離技術

カチオンおよびアニオンを側鎖に有するイオン性高分子ブラシを平面基板上に調製し、両ブラシ表面間にはたらく静電相互作用を利用した接着とその可逆性について評価した<sup>[10]</sup>。10 × 40 mm<sup>2</sup>のシリコン基板上に重合開始剤である臭化アルキル単分子膜

を固定化し、表面開始原子移動ラジカル重合により膜厚約 100 nm、数平均分子量  $M_n =$  約 40 万の PMTAC ブラシ<sup>[11]</sup>、ポリ(メタクリル酸3-スルホプロピルカリウム塩) (PSPMK) ブラシ、ポリ(アクリル酸ナトリウム塩) (PMANa) ブラシを調製した。Fig. 9にそれぞれの構造式を示す。この基板に2  $\mu$ Lの水を滴下して基板端 10 mm 部分を貼り合わせ(接触面積 5 × 10 mm<sup>2</sup>)、500 g (4.9 N) の荷重を加えて室温で2時間静置した(Fig. 10)。これを引張り試験機(島津製EZ-Graph)に取り付け接着面引張(Lap Shear)法により引張りせん断力(N)を測定した。引張り速度はせん断方向に1.0 mm/minとした。

Fig. 11に示すように、カチオン性PMTACブラシとアニオン性PSPMKブラシとを貼り合わせた場

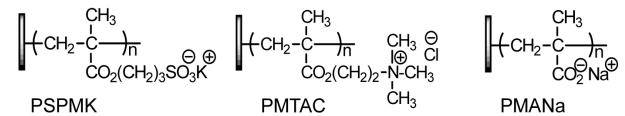


Fig. 9 接着に用いたポリマーブラシの化学構造

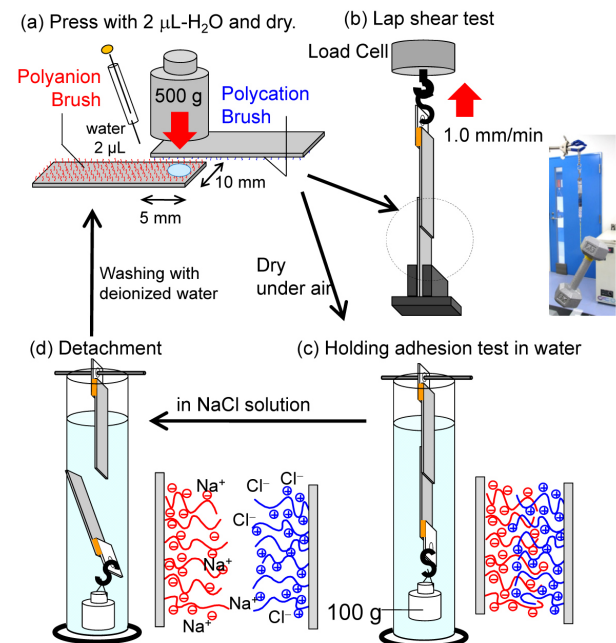


Fig. 10 高分子電解質ブラシの化学構造とそれらを用いた可逆的接着・剥離の模式図。(a) シリコン基板に固定化したポリカチオンとポリアニオンブラシによる貼り合わせ、(b) 接着面引張法による引張りせん断接着強度の測定、(c) 水中および (d) NaCl水溶液中における接着保持試験の方法。

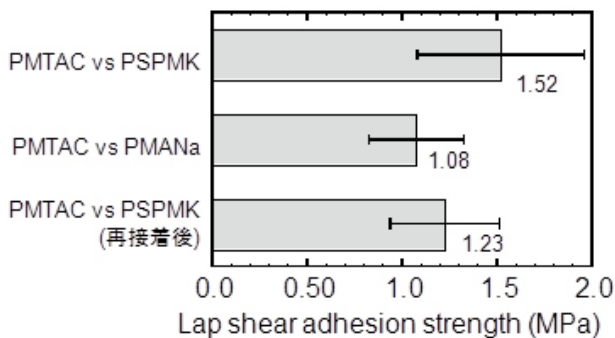


Fig. 11 高分子電解質ブラシにより接着したシリコン基板の引張りせん断接着強度 (MPa)

合引張りせん断接着強さは  $1.52 \pm 0.43$  MPa であり、PMTAC ブラシと PMANa ブラシとの組み合わせでは  $1.08 \pm 0.25$  MPa であった。これはカルボン酸よりもスルホン酸の方がアンモニウムカチオンと強く相互作用していることを反映していると考えられる。

次に、PMTAC ブラシと PSPMK ブラシを接着した基板に 100 g のおもりをつり下げ水中に浸漬した (Fig. 9)。計算上、接着面には水中で約 0.2 MPa の引張りせん断力が加わる状態であるが、24 時間経過しても接着面が剥離することはなかった。一方、この接着基板を 100 g のおもりを吊した状態で 0.5 M NaCl 水溶液に浸漬すると 1 時間以内に剥離した。剥離はブラシ/ブラシ界面で生じており、剥離後も表面にはそれぞれのブラシ薄膜が残存していることを XPS および AFM により確認した。従って、水溶液中の水和イオンが接着界面に浸透することで高分子電解質間の静電相互作用を遮蔽し、接着強度が低下したと考えられる。また、剥離後のポリマーブラシ基板を十分に水洗して塩を除去し、貼り合わせると再接着した。Fig. 11 に示すように数回の再接着実験を繰り返しても接着強度は約 1 MPa を維持しており、繰り返し接着・剥離が可能であることが分かる。

#### 4. 結論

放射光を用いた微小角入射広角 X 線回折・小角 X 線散乱の結果を活用し次のような環境に優しい接着技術を実現した。1) 微小角入射広角 X 線回折を利用したポリブチレンテレフタレート (PBT) の表面脆弱層 (WBL) の存在の解明に基づき、WBL の除去によるエンジニアリングプラスチックの接着技術を確認した。2) 放射光小角 X 線散乱による高分子電解質の分子鎖形態の塩濃度依存性の解明によ

る環境に優しい水を膨潤剤とする接着技術と塩水溶液による剥離が自在に出来るポリマーブラシを用いた接着技術を確認した。

#### 5. 謝辞

「自動車の軽量化に貢献するエンジニアリングプラスチックの接着技術」の研究は NEDO 「精密高分子プロジェクト」(2001-2007)、「環境に優しい接着、剥離が自在に出来るポリマーブラシを用いた接着技術」の研究は JST-ERATO 高原ソフト界面プロジェクトの研究成果である。放射光表面 X 線回折、小角 X 線散乱は BL03XU、BL13XU を活用したものである。特にご支援・ご指導をいただいた JASRI/SPring-8 の共同研究者の皆様深く感謝します。

#### 参考文献

- [1] 山田忠利：三菱電機技報 **74** (2000) 546.
- [2] a) T. Kajiyama, K. Tanaka and A. Takahara: *Macromolecules* **30** (1997) 280 .  
b) T. Kajiyama, K. Tanaka and A. Takahara: *Polymer* **39** (1998) 4665.  
c) T. Kajiyama, K. Tanaka, N. Satomi and A. Takahara: *Macromolecules* **31** (1998) 5150.  
d) T. Kajiyama, K. Tanaka, N. Satomi and A. Takahara: *Sci. Tech. Adv. Mater.* **1** (2000) 31.  
e) K. Tanaka, A. Takahara and T. Kajiyama, *Macromolecules* **33** (2000) 7588.
- [3] a) I. M. Ward and M. A. Wilding: *Polymer* **18** (1977) 327.  
b) C. -S. Park, K. -J. Lee, S. W. Kim, Y. K. Lee and J. -D. Nam: *J. App. Polym. Sci.* **86** (2002) 478.  
c) M. Yokouchi, Y. Sakakibara, Y. Chatani, H. Tadokoro, T. Tanaka and K. Yoda: *Macromolecules* **9** (1976) 266.  
d) K. Tashiro, Y. Nakai, M. Kobayashi and H. Tadokoro: *Macromolecules* **13** (1980) 137.  
e) J. Liu and P. H. Geil: *J. Macromol. Sci.-Phys B* **36** (1997) 263.
- [4] D. Chauhan and V. Hauk: *Materialwiss. Werkst.* **23** (1992) 309.
- [5] T. Izumi, K. Tanaka, R. Narita, S. Horiuchi, A. Takahara and T. Kajiyama: *Composite Interfaces*, **11** (2004) 325.
- [6] a) N. Nagai: *Anal. Sci.*, **17 Suppl.** (2001) i671.

- b) N. Nagai, T. Imai, K. Terada, H. Seki, H. Okumura, H. Fujino, T. Yamamoto, I. Nishiyama and A. Hatta: *Surf. Interface Anal.* **34** (2002) 545.
- [ 7 ] 佐々木園、矢可部公彦、梶山千里：機能材料 **23** (2003) 36.
- [ 8 ] a) T. Kajiyama, K. Tanaka, I. Ohki, S. -R. Ge, J. - S. Yoon and A. Takahara: *Macromolecules* **27** (1994) 7932.  
 b) N. Satomi, K. Tanaka, A. Takahara, T. Kajiyama, T. Ishizone and S. Nakahama: *Macromolecules* **34** (2001) 8761.
- [ 9 ] a) J. J. Bikerman: *Adhesive Age* **2** (1959) 23.  
 b) J. J. Bikerman: *Ind. Eng. Chem.* **59** (1967) 40.
- [10] M. Kobayashi, M. Terada and A. Takahara: *Soft Matter* **7** (2011) 5717.
- [11] M. Kobayashi, M. Terada, Y. Terayama, M. Kikuchi and A. Takahara: *Macromolecules* **43** (2010) 8409.

高原 淳 TAKAHARA Atsushi

九州大学 先導物質化学研究所  
 科学技術振興機構 ERATO 高原ソフト界面プロジェクト  
 TEL : 092-802-2517  
 e-mail : takahara@cstf.kyushu-u.ac.jp

岡本 泰志 OKAMOTO Yasushi

(株)デンソー 材料技術部  
 TEL : 0566-25-7747  
 e-mail : yasushi\_okamoto@denso.co.jp

泉 隆夫 IZUMI Takao

(株)デンソー 半導体実装開発部  
 TEL : 0564-56-7443  
 e-mail : takao\_izumi@denso.co.jp

青木 孝司 AOKI Takashi

(株)デンソー 材料技術部  
 TEL : 0566-25-7780  
 e-mail : takashi\_aoki@denso.co.jp

小林 元康 KOBAYASHI Motoyasu

科学技術振興機構 ERATO 高原ソフト界面プロジェクト  
 TEL : 092-802-2543  
 e-mail : motokoba@cstf.kyushu-u.ac.jp

## 海藻カサノリ由来ロドプシンARIIの結晶構造

独立行政法人理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域  
和田 崇、染谷 友美、白水 美香子、横山 茂之

### Abstract

膜タンパク質の1つで、真核単細胞生物の光駆動型プロトンポンプであるロドプシン「ARII」は、海藻のカサノリ由来のタンパク質で、生きた細胞を用いる一般的な発現方法では大量合成が非常に難しい。我々は、無細胞タンパク質合成技術<sup>※1</sup>を用いることで、ARIIの機能を保持したまま大量合成することに初めて成功し、ARIIの機能を詳細に解析することができた。また、人工脂質二重膜中での膜タンパク質の結晶化が可能な脂質メソフェーズ法<sup>※2</sup>をARIIに適用し、結晶化に成功した。そして、SPring-8のBL41XUでX線回折実験を行い、3.2 Å分解能で立体構造を決定した。これは、真核単細胞生物由来のロドプシンとして初めての構造解析例となる。

今回用いた無細胞タンパク質合成技術による膜タンパク質の合成方法は、医薬品開発など産業上有用な膜タンパク質の機能や構造の解析などに幅広く適用されることが期待される。

### 1. はじめに

膜タンパク質は、エネルギー生産、物質輸送、情報伝達など生命の維持に重要な役割を担うだけでなく、多くの病気に関与していることから、その構造と機能の解明により、医薬品を合理的に設計することが可能になると期待されている。タンパク質の構造と機能の解析のためには大量の試料が必要とされるが、組換え動物細胞などを用いた従来の膜タンパク質の合成方法では、その合成量が少ないうえに、合成の途中で変性しやすいなどの問題があり、大量合成が困難だった。

そこで本研究グループは、文部科学省大規模研究開発事業「ターゲットタンパク研究プログラム」で理化学研究所（理研）が開発を進めている無細胞タンパク質合成技術や脂質メソフェーズ法を用いた結晶化技術を駆使し、膜タンパク質の合成と結晶化およびその構造と機能の解析に挑んだ。

### 2. ロドプシンタンパク質

生命現象と光には深い関わりがあり、そこで重要

な役割を果たしている物質のひとつがロドプシンである。ロドプシンはレチナール分子を含む膜タンパク質である。多くの薬剤標的となっている膜タンパク質であるGタンパク質共役受容体（GPCR）と同じ7回膜貫通構造を持ち、そのタンパク質部分（オプシン）の第7ヘリックスにあるリジン残基とレチナール分子がシッフ塩基結合してオプシンに内包されると赤～紫色を呈する。

動物の網膜に存在するロドプシンは、光を受けるとレチナール分子の立体構造変化（11-*cis*からall-*trans*への立体異性化）が起こり、Gタンパク質と相互作用してシグナル伝達を行う。また、微生物においても様々なロドプシンが発見されているが、この中で最もよく研究されているのが好塩菌 *Halobacterium* 由来のバクテリオロドプシン（BR）である。BRが光を受けるとレチナール分子を異性化する光サイクルが始まり、1サイクルあたり1分子のプロトンが細胞質側から細胞外側に輸送される。微生物においては、BRのようなプロトンポンプのほか、塩化物イオンを細胞質側へポンプするハ

※1 無細胞タンパク質合成技術：生命体に依存しない人工的なシステムで、細胞からタンパク質合成に必要な成分一式を抽出し、これに目的のタンパク質をコードする遺伝子を合成装置が読み取れる形にして添加して、タンパク質を合成する技術。外部からさまざまな因子を加えることが容易であり、反応条件の変更や最適化も容易であるなど、多くの優れた特徴を持つ。

※2 脂質メソフェーズ法：人工脂質二重膜中で膜タンパク質の結晶化を行う新しい技術。生体外で不安定な膜タンパク質の結晶化に適している。



ロロドプシン (HR)、生体が光に反応して光源方向に移動する性質 (走光性) に関する情報伝達を行うセンサーロドプシンなどが知られている。なお視物質型ロドプシンと微生物型ロドプシンではアミノ酸配列の類縁性が小さく、進化的に別の道筋をたどって今日の構造に収斂したものと考えられる。

近年、藻類の遺伝子解析から、これまでに知られていなかったオプシンが次々に発見された。2003年、緑藻クラミドモナス *Chlamydomonas* からチャンネルロドプシン ChR2 が同定された。ChR2 に光が照射されるとゲートが開き、ナトリウムなどの陽イオンが濃度勾配に従って輸送される。組換え技術で ChR2 を発現した神経細胞 (ニューロン) に光を照射すると脱分極し、神経興奮が引き起こされた。同様に HR を発現したニューロンに光照射すると過分極が起きた。この研究分野は、オプトジェネティクス (光遺伝学) と呼ばれ、進展が目覚ましい。また2006年には、海藻カサノリ *Acetabularia acetabulum* から新規のオプシン (AR) の遺伝子が同定され、アフリカツメガエル卵母細胞内で発現させた AR に、細胞内のプロトン積極的に汲み出す活性が認められ、光駆動型プロトンポンプであることが確認された。AR の生理的な役割は今でもよくわかっていないが、カサノリの配偶子をもつ走光性と関係しているかもしれない。

### 3. ARII タンパク質の合成

今回、我々はカサノリから新たな微生物型オプシン (ARII) の遺伝子を同定した<sup>[1]</sup>。そして、ARII 遺伝子を導入した組換えアフリカツメガエル卵母細胞に光を照射すると電流が発生することがわかった。さらに機能解析を進めるためには、ARII タンパク質を純度高く大量に取得する必要がある。しかし、多くの研究者が ARII を得ようと、大腸菌に遺伝子を導入してタンパク質を生産させるといった生きた細胞を用いる一般的な方法を試みていたが、発現量が非常に低く成功例が無かった。大腸菌では、膜タンパク質の多くが細胞質膜に挿入されるため、生きている細胞で大量発現させると致死的になる現象が散見される。これは膜構造が破壊されるためと推測されている。死に至らない場合でも、生き延びるために構造遺伝子やプロモーターに変異が入ることが多く、その場合は目的タンパク質の発現量が極端に少なくなる。一方、無細胞タンパク質合成技術は転写と翻訳のみを基本とした試験管内反応である

ため、そのようなリスクを回避できる。そこで今回、理研で開発した膜タンパク質の無細胞タンパク質合成技術<sup>[2]</sup> を応用した。具体的には、大腸菌由来のタンパク質合成反応液に脂質と界面活性剤を加え、ARII 遺伝子を組み込んだプラスミド DNA を添加して、天然の細胞膜に見立てた人工の脂質二重膜 (リポソーム) 中で ARII を合成した。脂質二重膜は、試験管内で実際の細胞膜と同様な構造を持っているため、活性体と呼ばれる正しい形と機能を保持した状態で膜タンパク質を得ることが可能である。ここに、ロドプシンに必須の *all-trans* 型のレチナル溶液を添加して反応させたところ、反応開始前には反応液がオレンジジュースのような黄色を呈していたが、30℃で3時間保温したところ、トマトジュースのような赤色に変わり、ロドプシンの合成が進んでいることが一目瞭然であった。合成された ARII は合成と同時に形成されたりポソーム内に移行し、反応終了後に遠心分離によって沈殿として回収することができた。この膜画分では、27 ml 合成反応液あたり 45 mg の収量で、ARII 分子が脂質画分の約 50% 以上を占めるといふ大量発現が確認された。この沈殿に界面活性剤を含むバッファー溶液を添加すると ARII が可溶化し、続いて Ni アフィニティカラムとゲルろ過カラムによる精製を行った。最後に限外ろ過により濃縮し 45 mg/ml とした。

無細胞タンパク質合成技術によって大量合成・精製された ARII は、複数の生化学的および物理化学的実験の結果からプロトンポンプ活性が確認された<sup>[1]</sup>。

### 4. ARII の結晶構造解析

脂質メソフェーズ法による結晶化では、ARII 溶液、コレステロールを含んだ脂質モノオレインをシリンジに測り取り、ふたつのシリンジの先端同士を連結してプランジャの押し引きを繰り返して混合した。つぎにガラスプレート上に穴の空いた両面粘着シートを張り付け、プレート上の穴の中に混合試料をごく少量押し出し、その上に結晶化溶液 (0.1 M Tris-HCl (pH 7.5)、6% 2-methyl-2,4-pentanediol、14% polyethylene glycol 400) を滴下した。この上から別のガラスプレートを被せてサンドウィッチ状にして密閉した。このプレートを1~2週間、20℃で保温すると一辺の長さが0.1 mm程度、厚さが10 μmの薄い板状の赤紫色の結晶が成長した (図1)。

ARII 結晶は環境の変化に弱く、一度ガラスプレートを剥がして、外気に触れさせると数分で退色し

た。in houseのX線解析装置では一度も反射が得られず、また一見、赤色が残る凍結結晶でもビームラインで測定すると反射点の形が乱れることがしばしばで、研究室であらかじめ良さそうな凍結結晶を選定することはできなかった。そこで何枚もの結晶化プレートでBL41XUのビームラインハッチ内に持ち込み、そこで開封してすぐに結晶をすくい取り-180℃の窒素気流で凍結させて反射チェックを行った。この作業を理想的な反射が得られるまで何度も繰り返した。結晶はX線照射によるダメージも受けやすく、直径10 μmに絞ったビームの照射位置を少しずつずらしてデータ収集する方法が効果的だった。得られたデータセットの分解能は3.2 Åで、位相決定はBR (PDB ID 1S54) をモデルに分子置換法で行った。これは、真核単細胞生物由来のロドプシンとしては初めての構造解析例となる。

## 5. ARIIの立体構造

ARII結晶の空間群は $P2_12_12_1$ で、非対称単位中でテトラマー構造を取り、ARII 1分子あたり2分子のコレステロールが確認された。モノマー構造(図2)はBRなど微生物型ロドプシンの構造とよく類似し、7番目のヘリックス中のLys211がall-trans型レチナールとシッフ塩基結合していた。通常、 $\alpha$ ヘリックスでは主鎖のカルボニル基は4残基先のアミド基と水素結合するが、Lys211の前後周辺のアミノ酸残基は5残基分ずれた相手と水素結合し、結果Ala210のカルボニル基は水素結合の相手を失って

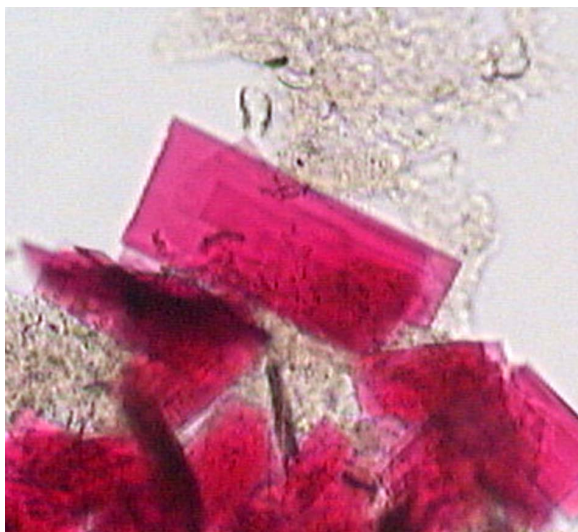


図1 脂質モノオレインのキュービック相中で成長したARII結晶

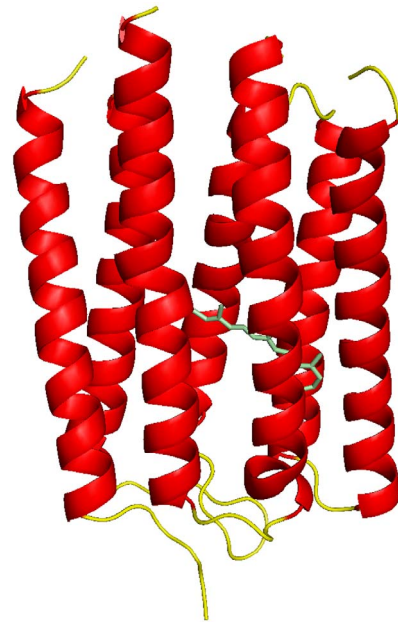


図2 ARIIのモノマー構造。ヘリックスとループを赤色と黄色で、レチナール分子を緑色で表示している。

ヘリックスが折れ、 $\pi$ バジジと呼ばれる構造を取っていた。この折れ曲がりにはBRにも見られ特徴的である。

プロトン輸送に関するアミノ酸残基で、BRとの比較ではっきりした違いが見られるのは、Arg78 (ARII) と Arg82 (BR) の側鎖の向きである(図3)。前者は細胞外側を向いているが、後者は細胞質側を向いている。中性付近の溶液条件では、BRはまずプロトンを細胞外に放出してから細胞質側からプロトンを取り込む(「早いプロトン放出」)。プロトン放出に先立ち、Arg82側鎖が細胞外側に反転し、Glu194 (BR) と Glu194 (BR) の側鎖ペアの方を向く。その結果、これらの残基のpKaは9.7から5.7に著しく低下し、ここからプロトンが細胞外に放出される。ふたつのGlu側鎖間には低障壁水素結合と呼ばれる特殊な水素結合が存在し、そのため容易にプロトンが放出されるとも言われる。これに対して、中性付近の溶液条件では、ARIIは先にプロトンを取りこんでから細胞外への放出を行う(「遅いプロトン放出」)。構造の観点から考察すると、Arg78 (ARII) が基底状態で細胞外を向いていることや、BRのようなGlu側鎖のペアが存在しないことから、プロトンが放出されにくいのかもしれない。しかし高度好塩性アルカリ古細菌*Natronomonas*由来センサリーロドプシンII (NpSRII) のArg72側鎖も

ARIIと同様に最初から細胞外方向にある Asp193 側鎖を向いているが、中性付近でも早くプロトンを放出するため、Arg78 (ARII) 側鎖の向きだけで ARII の「遅いプロトン放出」が単純に説明できるわけではない。もしかすると Glu199 (ARII) 周辺的环境は Asp193 (NpSRII) 周辺に比べてより疎水性が高いのかもしれない。また Arg72 (NpSRII) と Asp193 (NpSRII) は水分子を介したネットワークで繋がっているが、Arg78 (ARII) と Glu199 (ARII) の側鎖間距離は 3.5 Å と近接しているため、水分子のネットワークで繋がっていないことも予想される。より高分解能の ARII 構造が決定されて ARII における水分子クラスターの実態が解明されれば、「遅いプロトン放出」の理由が判明すると期待される。

#### 6. おわりに

今回用いた無細胞タンパク質合成技術や、脂質メソフェーズ法によって、水溶性タンパク質と比べて立体構造解析が遅れている膜タンパク質の基礎研究が大きく発展すると予想される。膜タンパク質の多くは創薬ターゲットであり、医薬品の 50% 以上が膜タンパク質に作用するともいわれている。膜タンパク質の詳細な立体構造解析の結果から、そこに作用する医薬品の設計が可能となるとともに、無細胞タンパク質合成技術の応用によって、膜タンパク質

に対する抗体の取得が可能となることから、これらの技術は、医薬品の研究開発に大きく貢献することが期待される。

#### 7. 謝辞

本研究は、BL41XU 2011B1005 (成果公開優先利用課題)、文部科学省大規模研究開発事業「ターゲットタンパク研究プログラム」の一環として行われました。BL41XU での測定にあたりましてご協力いただきました山本雅貴先生、河野能顕先生に厚くお礼申し上げます。また、本稿の執筆にあたりましては、共著者である下野和実先生、田母神淳先生、加茂直樹先生 (松山大学)、宮内正二先生 (東邦大学)、菊川峰志先生 (北海道大学)、So Young Kim 先生、Kwang-Hwan Jung 先生 (西江大学)、新屋直子先生、羽藤正勝先生 (理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域) に厚くお礼申し上げます。

#### 参考文献

- [1] T. Wada, K. Shimono, T. Kikukawa, M. Hato, N. Shinya, S. Y. Kim, T. Kimura-Someya, M. Shirouzu, J. Tamogami, S. Miyauchi, K. H. Jung, N. Kamo and S. Yokoyama: *J. Mol. Biol.* **411** (2011) 986-998.
- [2] K. Shimono, M. Goto, T. Kikukawa, S. Miyauchi, M. Shirouzu, N. Kamo and S. Yokoyama: *Protein Sci.* **18** (2009) 2160-2171.

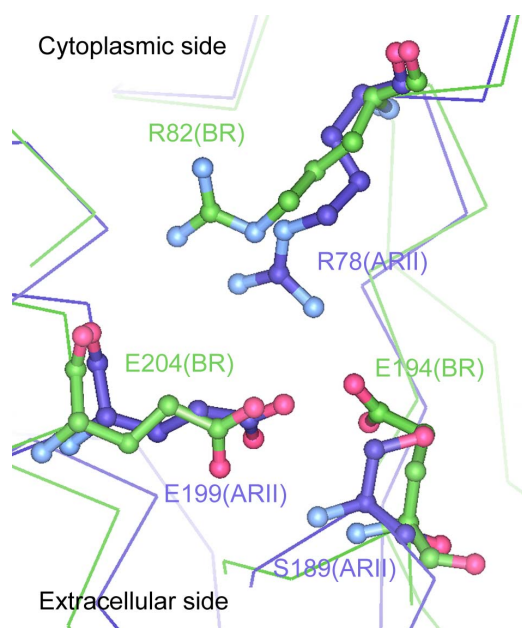


図3 プロトン放出に関与するアミノ酸残基。ARII と BR を青色と緑色で表し、構造を重ね合わせている。

#### 和田 崇 WADA Takashi

(独) 理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域  
〒234-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町1-7-22  
TEL : 045-503-9196

#### 染谷 友美 KIMURA-SOMEYA Tomomi

(独) 理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域  
〒234-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町1-7-22  
TEL : 045-503-9196

#### 白水 美香子 SHIROUZU Mikako

(独) 理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域  
〒234-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町1-7-22  
TEL : 045-503-9196

#### 横山 茂之 YOKOYAMA Shigeyuki

(独) 理化学研究所 生命分子システム基盤研究領域  
〒234-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町1-7-22  
TEL : 045-503-9196  
e-mail : yokoyama@riken.jp



# 柔軟性錯体ナノ空間での $\pi$ 共役オリゴマーの発光スイッチング ：新しいガスセンサー材料への応用

京都大学大学院 工学研究科

植村 卓史

京都大学大学院 物質-細胞統合システム拠点

北川 進

## Abstract

金属イオンと有機架橋配位子から形成される多孔性金属錯体の特徴のひとつに、外部刺激による構造の柔軟な変化が挙げられる。このような柔軟性多孔性金属錯体に発光性分子を導入し、溶媒やガスの吸着によってホスト構造を変化させることができれば、そのホスト変化と同期してゲスト分子のコンフォメーションやパッキングが変化し、発光をコントロールできる。本研究では、発光性高分子である Poly (*p*-phenylene vinylene) (PPV) のユニット構造である distyrylbenzene (DSB) を導入し、溶媒分子やガス分子の吸着や熱といった外部刺激を与えることで発光のスイッチングを行った。これにより、大気中ガスから二酸化炭素のみを選択的に蛍光検知することに成功し、エネルギー移動や化学的相互作用を必要としない先進的なガスセンサーとしての応用が見えてきた。

## 1. はじめに

有機発光体は、記録表示機能やセンサー機能としての利用など材料分野で重要性が高まっており、盛んに研究がなされている。特に、分子のコンフォメーションやパッキングを外部刺激で変化させることで発光特性を動的に変化させる方法は、可逆的で劣化しにくい点で非常に注目を集めている<sup>[1-3]</sup>。しかし、その報告の多くは熱や機械的圧力といった外部刺激に限られており、溶媒やガスの圧力をセンシングして発光を変化させたという例はあまり無い。特にガスの物理吸着のような弱い相互作用にตอบสนองする系が達成できれば、俊敏にตอบสนองでき、再利用が可能な蛍光検知システムを構築できる。

近年、金属イオンと有機架橋配位子との自己集合によって形成される多孔性金属錯体が世界中で注目を浴びている(図1)<sup>[4-7]</sup>。この材料の特徴のひとつに、外部刺激による構造の柔軟な変化が挙げられる(図1)<sup>[8-10]</sup>。このような柔軟性多孔性金属錯体に発光性分子を導入し、溶媒やガスの吸着によってホスト構造を変化させることができれば、そのホスト変化と同期して発光性分子のコンフォメーションやパッキングが変化し、発光をコントロールできると考えられる。すなわち、柔軟性ホストと発光性ゲスト分子を組み合わせることで、ガスや溶媒の吸着

にตอบสนองする高効率なセンシングシステムが達成できる。本研究では、発光性高分子である Poly (*p*-phenylene vinylene) のユニット構造である distyrylbenzene (DSB) を柔軟性多孔性金属錯体に導入し、ガス分子や溶媒分子の吸着による DSB の発光変化を調べた<sup>[11]</sup>。

## 2. 多孔性錯体と発光分子との複合体形成

粉末状のホスト錯体  
 $[Zn_2(\text{terephthalate})_2(\text{triethylenediamine})]_n$  (1)

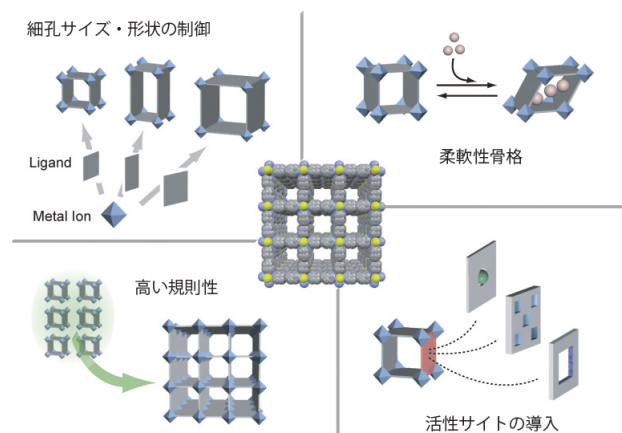


図1 多孔性金属錯体の特徴

(細孔サイズ =  $7.5 \times 7.5 \text{ \AA}^2$ ) と DSB を固相混合後、真空下で加熱して DSB を昇華させてホストへの導入を行った。XRD 測定の結果より、ホスト骨格が元の構造 (1) から変形した構造 (1') に変化した複合体 (1' ⊃ DSB) であることを確認した (図2)<sup>[12]</sup>。SPring-8 の BL02B2 において、詳細な XRD の測定を行ったところ、DSB 導入により、元々正方晶であった 1 の構造が斜方晶の 1' へと変化し、 $\text{Zn}_2$  ユニットの体積が  $1,148 \text{ \AA}^3$  から  $1,078 \text{ \AA}^3$  へと若干収縮していることが示された。

ホストの細孔内の DSB のコンフォメーションを IR とラマン測定により調べた。DSB の C-H 面外変角振動に着目すると、バルク状態では  $970 \text{ cm}^{-1}$  にピークを示したが、1' の細孔内の DSB は低波数側にピークがシフトしており、バルクとは異なるコンフォメーションをとっていると示された。理論計算を行った所、DSB の二重結合周りの二面角を大きくすると C-H 面外変角振動のピークが低波数側にシフトすることから、1' の骨格中では DSB のコンフォメーションが平面状から大きくねじれていることが示された。ラマン測定からも、1' の細孔内の DSB がねじれていることが示されたことから、ホスト-ゲストの相互作用により、バルクとは異なるコンフォメーションで DSB が細孔内に存在していることがわかった (図2)。

### 3. ガス分子の導入と検知

1' ⊃ DSB のガス吸着測定を行うと、ホスト骨格の構造変化を伴いながら、ガスが吸着されることがわかった。興味深いことにこの複合体は大気中の主要ガス成分において、窒素、酸素、アルゴンは吸着

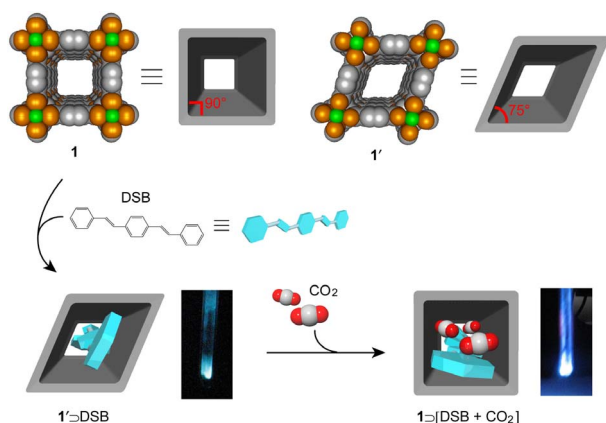


図2 DSB の 1 への導入、および二酸化炭素吸着に伴う構造、蛍光変化

しないが、二酸化炭素のみを選択的に吸着することがわかった (図3)。二酸化炭素の吸着の過程で、等温線にいくつかのステップが見られたので、195 K で二酸化炭素導入過程の XRD 測定を SPring-8 の BL02B2 で行い、ホストの構造変化の解析を行った。その結果、ガスの吸着にしたがってホスト骨格が 1' から徐々に 1 に変化していき、80 kPa の導入圧ではほとんどのホストが 1 に戻っていることが示された (1 ⊃ [DSB +  $\text{CO}_2$ ]) (図4)。興味深いことに、二酸化炭素導入過程で IR 測定を行うと、二酸化炭素の吸着に応じて、DSB の C-H 面外変角振動のピークが高波数側へとシフトした (図5)。すなわち、これらの結果から、ガスの吸着により、ホストの構造変化とゲストのコンフォメーション変化が同期的に起こっていることがわかった。

1' ⊃ DSB は二酸化炭素の吸着に応答して蛍光挙動を変化させることが示された。ガスが導入されていない状態では 195 K でこの複合体はほとんど蛍光を示さない。しかし、二酸化炭素を吸着することで、数秒以内に明確な青色発光を示し、数分でその蛍光変化が完了することがわかった。ガスの導入圧を上げていくなから、蛍光スペクトルを測定すると、最初はブロードなスペクトルであったのが、DSB のコンフォメーション変化が始まる 30 kPa 付近から

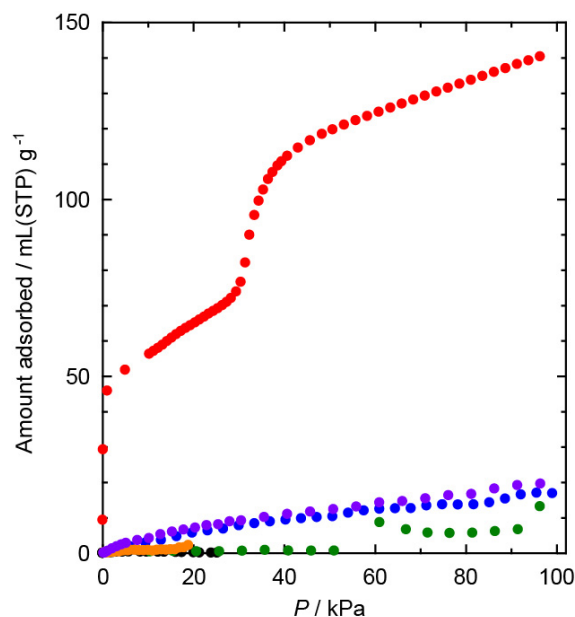


図3 1' ⊃ DSB のガス吸着等温線 (赤：二酸化炭素 [195 K]、青：窒素 [195 K]、紫：酸素 [195 K]、緑：窒素 [77 K]、橙：酸素 [77 K]、黒：アルゴン [77 K])

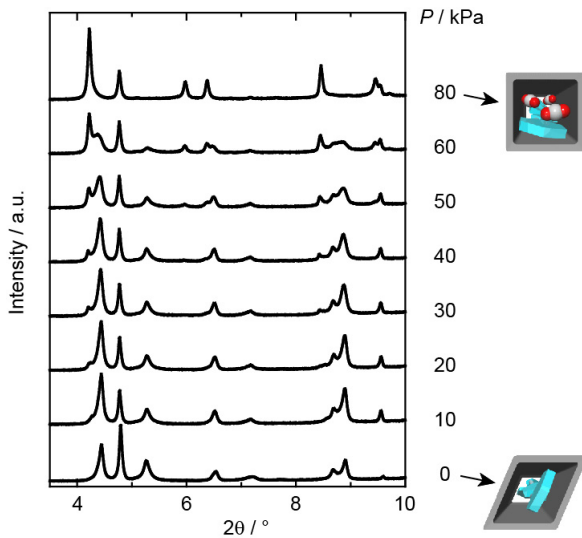


図4 1' DSBの二酸化炭素吸着過程 (195 K) におけるXRDの変化

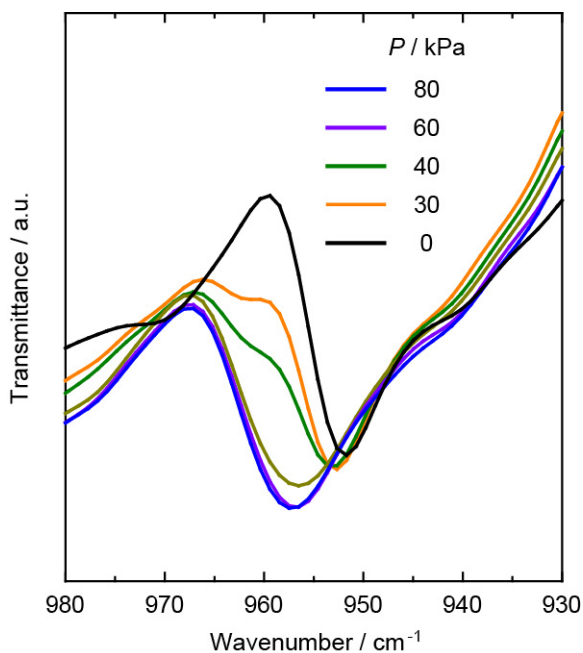


図5 1' DSBの二酸化炭素吸着過程 (195 K) におけるIRの変化

蛍光スペクトルの変化が見られ、最終的には振動構造を有するきれいなスペクトルへと変化した(図6)。このようなスペクトルの変化はDSBのコンフォメーション変化と密接に関連していると考えられる。また、ガス吸着後に二酸化炭素を真空除去すれば、また1' DSBに容易に戻ることから、本系では、二酸化炭素の導入圧に応じて、蛍光挙動が変化する

センサーとして非常に有用であることが示された。

通常、物理的性質の似通ったガスの検知は非常に難しい。しかし、柔軟性多孔性金属錯体は同様の性質を持つガスのわずかな違いを見極め、選択的な吸着挙動を示す。今回は二酸化炭素と同様のサイズ、形状、沸点を示すアセチレンの吸着を1' DSBで行うことで、吸着挙動が二酸化炭素のときと大きく違い、この二つのガスを見極めるセンサーとして有用であることが明らかになった。1' DSBを用いて195 Kでアセチレンの吸着を行うと、二酸化炭素の場合とは異なり、急激な吸着挙動を示し、低圧領域で飽和に達した(図7)。これはアセチレンの末端水素と錯体細孔の壁との効果的な相互作用があるためである。SPring-8で、アセチレン吸着過程のXRDを測定すると、二酸化炭素のときと同様にガスの吸着により、骨格が1へと変化していくことがわかり、5.0 kPa程度で構造変化が終了することがわかった。この変化と同期して、DSBのコンフォメーションおよび蛍光挙動も変化したことから(図7)、アセチレンがほとんど存在しない低圧領域で、その存在を知らせるセンサーとなりうるということが分かった。このようなガスの物理吸着による蛍光変化の例は非常に少なく、エネルギー移動や化学的相互作用を使わない高効率な蛍光ガスセンサーとして、その用途が期待される。

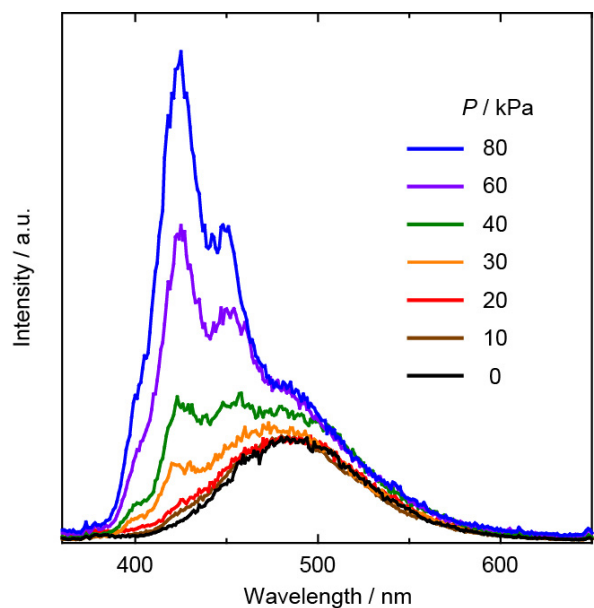


図6 1' DSBの二酸化炭素吸着過程 (195 K) における蛍光スペクトルの変化

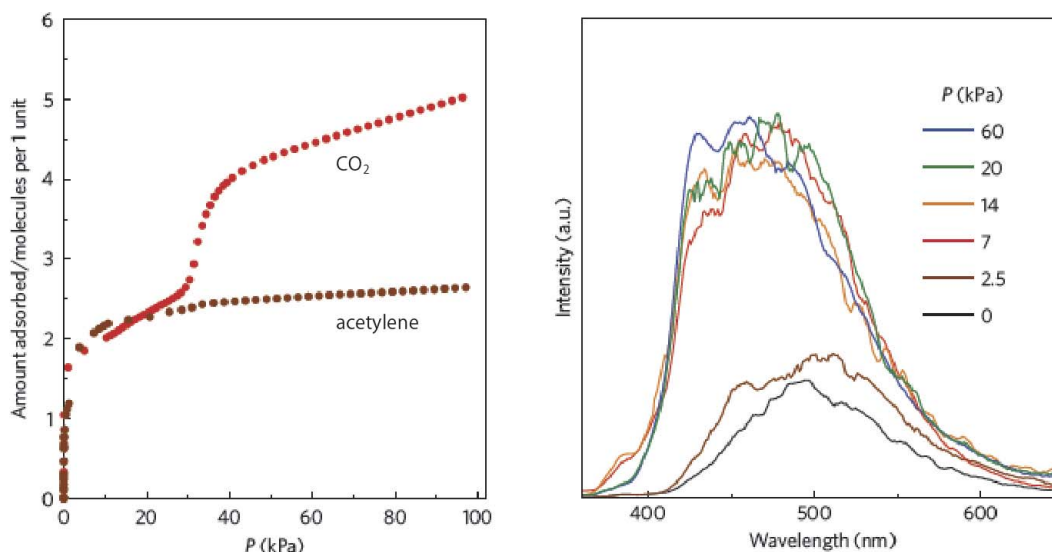


図7 1' DSBの195 Kでのガス吸着等温線 (左) とアセチレン吸着時の蛍光スペクトル変化

#### 4. 溶媒蒸気の導入と蛍光変化のメカニズム

ガス吸着によりDSBの蛍光挙動が大きく変化する理由を調べるため、溶媒分子の導入実験を行った。1' DSBにおいてアセトニトリル吸着測定を行った所、段階的にアセトニトリルを吸着することが判明した。そこで、アセトニトリル吸着過程においてホストやゲストのコンフォメーション変化を調べた。分圧をコントロールしてXRD測定やIR測定を行うと、ホスト骨格が1に変化するのに合わせてDSBのねじれが解消されていくことがわかった。そこで蛍光測定を行った所、分圧に対応した蛍光の段階的な増長が確認された。すなわち、ガス吸着の場合と同様に、アセトニトリル吸着過程においても、ホスト骨格の変化とゲストのコンフォメーション変化が同期して起こり、蛍光変化が起こることがわかった。

1' DSBにアセトニトリルを吸着させて得られる複合体 (1 DSB + CH<sub>3</sub>CN) から、真空引きによりアセトニトリルのみを除去するとホスト骨格の構造が保たれた複合体 (1 DSB) へと変化した (図8)。また、1 DSBを150℃で加熱すると、1' DSBの状態に戻ることが示された (図8)。蛍光量子収率測定を行った所、1' DSBでは0.02である一方、1 DSB + CH<sub>3</sub>CN や 1 DSBでは0.61、0.54となり、発光強度に大きな差異が見られた。また、1' DSB、1 DSB + CH<sub>3</sub>CN、1 DSBの蛍光寿命はそれぞれ1.4、2.1、2.0 nsとなり、溶液中のDSBの値 (1.4 ns) と近く、DSBが励起二量体であ

るエキシマーやエキサイプレックスを形成して蛍光強度を変化させているわけではないと示された。そこで、DSBのコンフォメーションを調べるために、IR測定を行った。その結果、1 DSB + CH<sub>3</sub>CN と 1 DSB は二酸化炭素導入後の複合体やバルクと同様のスペクトルを示し、DSBが平面的になっていることが示された。一方で、1' DSBの複合体中のDSBはねじれたコンフォメーションを有している。以前の研究から、DSBのようなπ共役分子はねじれると無放射失活過程が支配的になるために発光強度が小さくなることが報告されている<sup>[13]</sup>。すなわち、本系において、DSBのコンフォメーション変化が発光挙動の変化に大きく寄与していることが示された。

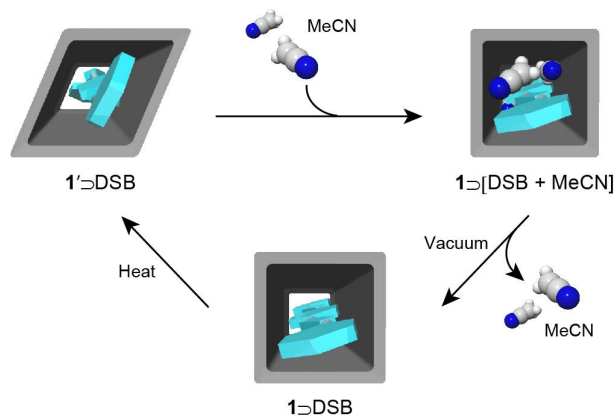


図8 溶媒吸着および熱処理による1とDSB複合体の可逆的な構造変化



## 5. おわりに

本研究では、蛍光性共役分子と多孔性金属錯体によって合成された複合体においてガスや溶媒の吸着といった外部刺激を与えることで、発光を制御することに成功した。本研究で見られた発光挙動変化にはホスト骨格の変化と同期したゲストのコンフォメーション変化という新しいメカニズムが大きく寄与していることが分かった。このような手法は、今後、様々な有害・危険ガスや揮発性有機化合物(VOC)のセンサーとして応用が期待できる。

## 謝辞

本研究成果は、楊井伸浩博士(現所属: University of Illinois at Urbana-Champaign) および北山幸司君(現所属: 住友電工)の日々の努力により達成された。放射光X線を用いた実験は、理化学研究所/SPRING-8の高田昌樹主任研究員および大阪府立大学の久保田佳基准教授とともに行った(ビームラインBL02B2)。また、IRスペクトルの解析については、土方優博士(現所属: 京都大学福井謙一記念研究センター)、ガス吸着下でのIR測定では佐藤弘志博士(JST-ERATO)、松田遼太郎博士(JST-ERATO)にご助力いただいた。固体NMR測定では金沢大学の水野元博教授にお世話になった。本研究は科学研究費補助金 若手研究(A) および新学術領域研究(分子ナノシステムの創発化学)、また村田学術振興財団の助成により行った。

## 参考文献

- [1] C. Löwe and C. Weder: *Adv. Mater.* **14** (2002) 1625-1629.
- [2] T. Mutai, H. Satou and K. Araki: *Nature Mater.* **4** (2005) 685-687.
- [3] Y. N. Hong, J. W. Y. Lam and B. Z. Tang: *Chem. Commun.* (2009) 4332-4353.
- [4] S. Kitagawa, R. Kitaura and S.-i. Noro: *Angew. Chem. Int. Ed.* **43** (2004) 2334-2375.
- [5] D. Bradshaw, J. B. Claridge, E. J. Cussen, T. J. Prior and M. J. Rosseinsky: *Acc. Chem. Res.* **38** (2005) 273-282.
- [6] G. Férey: *Chem. Soc. Rev.* **37** (2008) 191-214.
- [7] L. J. Murray, M. Dincă and J. R. Long: *Chem. Soc. Rev.* **38** (2009) 1294-1314.
- [8] H. Choi, M. Dincă and J. R. Long: *J. Am. Chem. Soc.* **130** (2008) 7848-7850.
- [9] G. Férey and C. Serre: *Chem. Soc. Rev.* **38** (2009) 1380-1399.
- [10] J.-R. Li, R. J. Kuppler and H.-C. Zhou: *Chem. Soc. Rev.* **38** (2009) 1477-1504.
- [11] N. Yanai, K. Kitayama, Y. Hijikata, H. Sato, R. Matsuda, Y. Kubota, M. Takata, M. Mizuno, T. Uemura and S. Kitagawa: *Nature Mater.* **10** (2011) 787-793.
- [12] D. N. Dybtsev, H. Chun and K. Kim: *Angew. Chem. Int. Ed.* **43** (2004) 5033-5036.
- [13] D. Oelkrug, *et al.*: *J. Phys. Chem. B* **102** (1998) 1902-1907.

植村 卓史 UEMURA Takashi

京都大学大学院 工学研究科  
〒615-8510 京都市西京区京都大学桂  
TEL: 075-383-2734  
e-mail: uemura@sbchem.kyoto-u.ac.jp

北川 進 KITAGAWA Susumu

京都大学 物質-細胞統合システム拠点  
京都大学大学院 工学研究科  
〒615-8510 京都市西京区京都大学桂  
TEL: 075-383-2733  
e-mail: kitagawa@icems.kyoto-u.ac.jp



# Long-term Proposal Report

## Spin-resolved Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy

### Spin-HAXPES

Gregory Stryganyuk <sup>1</sup>, Xeniya Kozina <sup>1</sup>, Gerhard H. Fecher <sup>1,2</sup>, Claudia Felser <sup>1,2</sup>, Gerd Schönhense <sup>3</sup>, Eiji Ikenaga <sup>4</sup>, Takeharu Sugiyama <sup>4</sup>, Masafumi Yamamoto <sup>5</sup>, Koichiro Inomata <sup>6</sup>, Keisuke Kobayashi <sup>7,8</sup>

<sup>1</sup> *Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Johannes Gutenberg - Universität, 55099 Mainz, Germany*

<sup>2</sup> *Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Nöthnitzer Straße 40, 01187 Dresden, Germany*

<sup>3</sup> *Institut für Physik, Johannes Gutenberg - Universität, 55099 Mainz, Germany*

<sup>4</sup> *Research & Utilization Division, Japan Synchrotron Radiation Research Institute, Sayo, Hyogo 679-5198, Japan*

<sup>5</sup> *Division of Electronics for Informatics, Hokkaido University, Sapporo 060-0814, Japan*

<sup>6</sup> *National Institute for Material Science, Tsukuba, Ibaraki 305-0047, Japan*

<sup>7</sup> *NIMS Beamline Station at SPring-8, Sayo, Hyogo 679-5148, Japan*

<sup>8</sup> *Hiroshima Synchrotron Radiation Center, Hiroshima University, Higashihiroshima, Hiroshima 739-0046, Japan*

#### Abstract

The spin-resolved electronic structure of buried magnetic layers is studied by hard X-ray photoelectron spectroscopy (HAXPES) using a spin polarimeter in combination with a high-energy hemispherical electron analyzer at the high-brilliance BL47XU beamline. Spin-resolved photoelectron spectra are analyzed in comparison with the results of magnetic linear and circular dichroism in photoelectron emission in the case of buried  $\text{Co}_2\text{FeAl}_{0.5}\text{Si}_{0.5}$  layers. The relatively large inelastic mean free path (up to 20 nm) of fast photoelectrons enables us to extend the HAXPES technique with electron-spin polarimetry and to develop spin analysis techniques for buried magnetic multilayers and interfaces.

#### 1. Introduction

The spin-resolved exploration of the electronic structure of buried ferromagnetic layers and interfaces is of great importance. It is needed for the selection of optimal materials for spintronic devices. For example, the efficiency of magnetic tunnel junctions (MTJs) is largely defined by the spin-dependent electronic properties of half-metallic electrode materials <sup>[1,2]</sup> employed.

Hard X-ray photoelectron spectroscopy (HAXPES) was proved to be a bulk sensitive probe of the electronic band structure <sup>[3,4]</sup>. The high bulk sensitivity of this technique results from the large inelastic mean free path (10-20 nm) of high-energy photoelectrons (6-10 keV). Such a high bulk sensitivity enables us to explore the electronic band structure of buried layers and interfaces. In this work, we present the results of the extension of a HAXPES experiment with a spin polarimeter implemented

at the BL47XU beamline <sup>[5]</sup>. This combination facilitates complete studies of the electronic band structure on buried layers resolving electron energy, momentum, and spin degrees of freedom.

Spin-resolved photoelectron emission studies performed in the Ultraviolet and soft X-ray modes of Photoelectron Spectroscopy (UPS/XPS) imply a high surface sensitivity due to the small inelastic mean free path of photoelectrons with kinetic energies in the range <2 keV. The implementation of spin detection in a bulk-sensitive spin-resolved HAXPES experiment implies rather strong requirements on the electron focusing system and conditions of high potential within a spin detecting system. This is crucial in the case of low-energy electron scattering in electron-scattering-type spin analyzers. Photoelectron spin polarization analysis is hampered by a strong reduction of intensity at the spin-

discriminating stage by 3-4 orders of magnitude. In combination with the low photoionization cross sections at high kinetic energies<sup>[3,6,7]</sup>, this leads to low count rates.

Presently available spin detection techniques are based on the spin dependence in electron scattering and diffraction originating from spin-orbit interaction or exchange scattering. The error of spin-polarization measurements and their efficiency depend on the electron reflectivity at the spin-discriminating target surface and spin-resolving power  $S$  (Sherman function) defining the figure of merit of the employed electron spin detector. Widely used Mott detectors<sup>[8]</sup> suffer from a low figure of merit (FoM of  $10^{-4}$  order), which is improved up to  $10^{-3}$  order in the case of SPLEED-type detectors<sup>[9]</sup> based on the Spin-Polarized Low Energy (about 100 eV) Electron Diffraction. Rather efficient are the spin detectors based on the spin-dependent reflection (exchange scattering) of very low energy electrons (scattering energy of about 6-15 eV) from magnetized surfaces<sup>[10]</sup> with the reported FoM of  $10^{-2}$  order<sup>[11]</sup>. Prospective breakthrough in the spin-resolved photoelectron spectroscopy is expected from the recently suggested multichannel spin-filtering technique<sup>[12]</sup> with the FoM of 2.1 achieved.

Related information on the majority and minority spin characters of the electronic states may also be obtained in magnetic linear and circular dichroisms in X-ray absorption<sup>[13]</sup> and photoelectron emission<sup>[14, 15]</sup>. Magnetic dichroism phenomena in photoelectron emission exemplify a preferential interaction of polarized X-rays with electrons of a particular spin direction defined by the experimental geometry. They enable us to elucidate spin splitting in core multiplet states<sup>[16]</sup> due to the exchange interaction of the core hole with the spin-polarized bands of valence electrons. The present studies involve a comparative analysis of spin-resolved photoelectron spectra together with data on magnetic circular and linear dichroisms in angular distribution (MCDAD, MLDAD) in photoelectron emission.

## 2. Experimental Procedure

The spin-resolved HAXPES experiment has been implemented by a combination of a Scienta R-4000-10 keV hemispherical analyzer with a spin detector based on Spin-Polarized Low-Energy Electron Diffraction (SPLEED) at a W(100) surface<sup>[17]</sup>. For the

spin-resolved measurements with the SPLEED-type detector, the photon energy was set to 5.95 keV because of the higher photoelectron intensity expected from the increase of ionization cross section at lower energies. The photon flux at 5.95 keV was about  $10^{11}$  photons/s with a 50 meV intrinsic bandwidth after a Si(333) channel cut post-monochromator<sup>[7]</sup>. The total energy resolution for spin-resolved measurements was set to about 1 eV with a fixed 2 mm entrance slit of the SPLEED detector and a 200 eV pass energy of the analyzer.

The angle between the electron analyzer and the direction of photon incidence was fixed at 90 deg. The photoelectrons were collected from the sample in near-normal emission geometry. Linearly polarized photons of  $P_p=0.99$  polarization degree were obtained from the undulator without any polarizing optics. The electric  $\mathbf{E}$  vector of photons in this case was oriented in the plane of beam incidence (p-polarization), i.e., near perpendicular to the sample surface in the near-normal emission geometry used.

Studies of magnetic dichroism were performed with 7.94 keV photons. An in-vacuum phase retarder employing a 600  $\mu\text{m}$  thick diamond (220) crystal<sup>[18, 19]</sup> has been installed at the BL47XU beamline in order to vary the polarization of the 7.94 keV photon beam. Polarization degrees of  $P_c=0.95$  and  $P_s=0.90$  have been reached for circularly polarized and linearly s-polarized photons, respectively. The photon flux at 7.94 keV was  $\approx 4 \times 10^{11}$  photons/s with a bandwidth of 38 meV achieved with a Si(111) double crystal monochromator and a Si(444) channel cut post-monochromator<sup>[7]</sup>. The total energy resolution for magnetic dichroism studies was set to 150 meV.

An experiment was performed on exchange-biased  $\text{Co}_2\text{FeAl}_{0.5}\text{Si}_{0.5}$  (CFAS) thin films shown to be a half-metallic Heusler compound with a high spin polarization exhibiting the lowest temperature dependence among the known half-metals<sup>[20]</sup>.

CoFe (10 nm)/ $\text{Ir}_{22}\text{Mn}_{78}$  (10 nm)/CoFe (0.5 nm)/CFAS (15 nm)/MgO (2 nm)/ $\text{AlO}_x$  (1 nm) multilayers were deposited on a MgO(100) substrate. An exchange bias field of  $12 \text{ kA m}^{-1}$  was achieved for the in-plane magnetization after the in-vacuum annealing of a multilayer stack at  $300^\circ\text{C}$  followed by cooling in a magnetic field of  $400 \text{ kA m}^{-1}$ .

The spin-polarized electronic states of buried magnetic layers were studied with special emphasis on the bulk sensitivity of HAXPES and the correlation of the spin-resolved photoelectron spectra with magnetic linear and circular dichroism in photoelectron emission from a CFAS layer buried under a 3 nm thick protective coating. The results are discussed in terms of a multiplet model, explaining the magnetic dichroism in photoelectron emission.

### 3. Results and Discussion

Figure 1 shows the spin-resolved photoelectron spectra of the Fe 2p<sub>3/2</sub> state upon excitation with *p*-polarized 5.95 keV photons. A maximum polarization of about 50% is obtained after background subtraction according to the following equation:

$$P = \frac{1}{S} \frac{(N_1 - N_2)}{(N_1 + N_2)} \quad (1)$$

with  $N_{1,2}$  denoting the countrates in the spin detector channels and with the Sherman function  $S$  being set to 0.25 [17]. The majority and minority spin partial spectra were determined as

$$I_{\uparrow,\downarrow} = I_{total} (1 \pm P)/2. \quad (2)$$

For details on the spin polarization detection see [21, 22].

The structure of the Fe 2p<sub>3/2</sub>  $m_j$  multiplet (shown as bars in Fig. 1c) was taken from the band structure calculation of Co<sub>2</sub>FeAl<sub>0.5</sub>Si<sub>0.5</sub> performed by the Spin-Polarized fully Relativistic method of Korringa-Kohn-Rostoker (KKR) Green's function (SPR-KKR) [23]. The bars topped with filled and hollow triangles depict the states with negative and positive spin projection  $m_s$  values; the larger and smaller bars correspond to the  $|m_j|=3/2$  and  $|m_j|=1/2$  states, respectively. The sub-states of the 2p<sub>3/2</sub> core electrons with well-defined spin up ( $m_j=+3/2$ ;  $m_s=+1/2$ ) and spin down ( $m_j=-3/2$ ;  $m_s=-1/2$ ) are clearly reproduced by maxima in the spin-resolved photoelectron spectra (Fig. 1c). The electron spin ( $m_s$ ) is not well defined for 2p<sub>3/2</sub> states with  $m_j=\pm 1/2$  since the respective  $m_j$  values ( $m_j=m_l+m_s$ ) may be obtained with different  $m_l$  and  $m_s$  combinations. The 2p<sub>3/2</sub> state with  $m_j=-1/2$  is, however, revealed as a shoulder in the spin down component. Thus, the features of Fe 2p<sub>3/2</sub> core states are well reproduced in the measured spin-resolved photoelectron spectra showing a good agreement with the one-step model of photoelectron emission.

One should note the broadening of the measured spin-resolved photoelectron spectra. This broadening may originate from a relatively poor resolution of the spin-resolved measurements, but this is not the only reason. After electron escape from the Fe 2p orbital, the coupling of the 2p<sup>5</sup> (<sup>2</sup>P<sub>3/2</sub>) core hole with 3d<sup>5</sup> (<sup>6</sup>S<sub>5/2</sub>) valence electrons results in a variety of ionic <sup>7,5</sup>P<sub>|L+S|≈J≈|L-S|</sub> configurations (see [24] for details). The difference in the energy levels of the ionic states implies a broad kinetic energy distribution for the emitted electrons and the broadening of the photoemission spectra, particularly at the side of higher binding energies [25].

The observed spin polarization of photoelectrons from a core state may be considered as an indirect

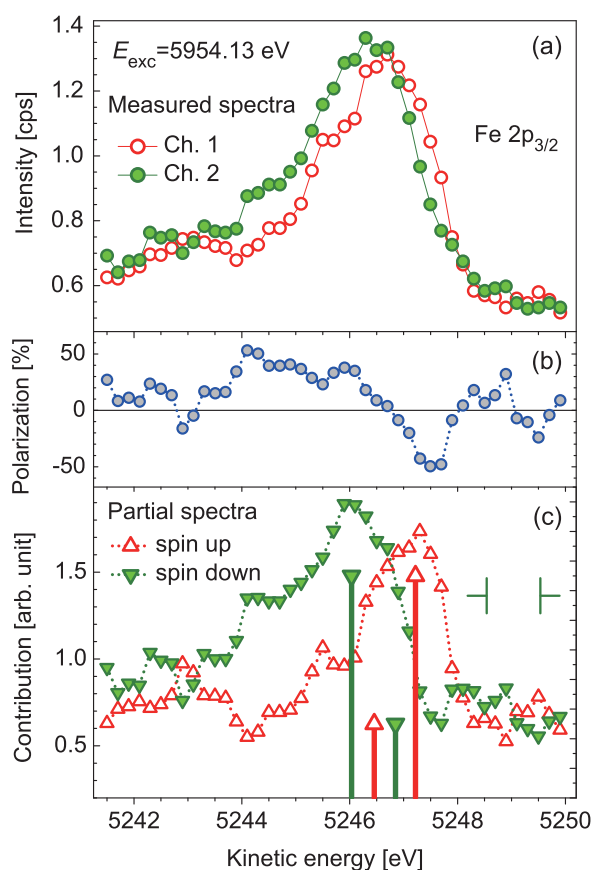


Figure 1

Count rates in spin detector channels (a), spin polarization (b) and spin-resolved spectra of Fe 2p<sub>3/2</sub> photoelectrons (c) from buried CFAS layer. The energy resolution interval (1 eV) is shown with a vertical slit mark.

evidence for the spin-polarized valence states. It arises due to the presence of a strong exchange field (Weiss field) in the material. The spin polarization at the Fermi level can only be elucidated from a spin-resolved measurement of the valence states. However, the density of valence states is reduced by about one order of magnitude as compared with that of the core states. Therefore, the spin-HAXPES experiment on the valence states has been planned as a further step forward after commissioning the modified SPLEED-type spin detector with an improved transmission efficiency of its electron focusing system and we are going to implement also the novel multichannel concept of electron spin detection [26] in HAXPES mode.

Figure 2 shows the correlation between spin-resolved photoelectron spectra and magnetic circular dichroism (MCDAD) as well as magnetic linear

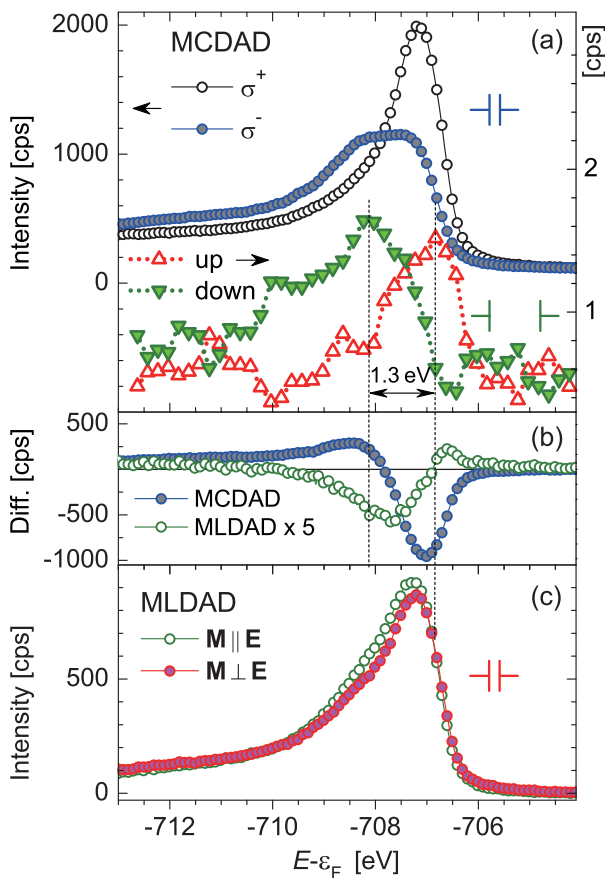


Figure 2

Comparison of spin-resolved Fe 2p<sub>3/2</sub> spectra with MCDAD and MLDAD for photoelectron from buried CFAS layer. The corresponding energy resolution intervals are shown by vertical slit marks.

dichroisms. MCDAD in photoelectron emission (acceptance angle of  $\pm 7$  deg. tilted by 2 deg. with respect to the sample surface normal) was measured with the helicity vector  $\sigma$  of circularly polarized 7.94 keV photons directed nearly parallel ( $\sigma^+$ ) and antiparallel ( $\sigma^-$ ) to the magnetization vector  $\mathbf{M}$  of the in-plane magnetized sample. A maximal MCDAD value of 45% was reached for the Fe 2p<sub>3/2</sub> photoelectrons from the CFAS layer.

The 1.3 eV gap between the maxima of the spin-resolved photoelectron spectra is in good agreement with the exchange splitting revealed by MCDAD measurements. Such a relatively large exchange splitting proves the magnetic moment to be localized at Fe sites in CFAS. The extrema of the MCDAD signal show a slight shift to higher binding energies as compared with the maxima of the spin-resolved peaks.

Having the photoelectron spin-resolved spectrum and magnetic circular dichroism measured for a core state, one can estimate the spin and orbital moments using the sum-rules-type procedure suggested by Thole and van der Laan [27]. However, this procedure implies the calculations of the spin-resolved core level photoelectron spectra measured for both spin-orbit components upon excitation with isotropic light (spherically polarized photons). Such experiment can be implemented upon the excitation with an incoherent superposition of two normally oriented beams of unpolarized and linearly polarized photons.

Magnetic linear dichroism (MLDAD) was measured with s-polarized photons (7.94 keV) and the sample magnetization along or perpendicular to the  $\mathbf{E}$  vector of the X-rays. The MLDAD signal changes its sign at approximately 706.8 eV (Fig.2b) where the "minority" signal in the spin-resolved photoelectron spectra starts to increase. The MLDAD shows a well pronounced negative asymmetry with a 12% amplitude in the range of the Fe 2p<sub>3/2</sub> state with the spin of the minority sign. The higher probability for the emission of the Fe 2p electron with a minority spin (as it is recognized for  $\mathbf{M} \parallel \mathbf{E}$ , Fig. 2c) is caused by the higher probability for the coupling of the Fe 2p<sup>5</sup> hole with Fe 3d<sup>5</sup> electrons resulting in the state with a maximal majority spin. Thus, the magnetic dichroism in photoelectron emission elucidates the spin-polarized electronic states and

enables us to recognize the spin sign relatively to the majority  $d$  states of the valence band. MLDAD measurements show a higher intensity for the electrons with a minority spin when the magnetization vector  $\mathbf{M}$  is aligned parallel to the  $\mathbf{E}$  vector of the photons.

### Conclusions

In summary, a spin-resolved HAXPES experiment was successfully performed on a buried magnetic layer. The implemented Spin-HAXPES technique facilitates the direct observation of the spin polarization of emitted electrons. The measurements prove that a spin polarization of about 50% is retained during the transmission of photoelectrons emitted from the Fe  $2p_{3/2}$  state through a 3 nm thick oxide capping layer. The reported spin-resolved photoelectron spectra agree well with the magnetic circular and linear dichroisms. The informations from spin polarization and magnetic dichroism are different and their combination provides a detailed insight into the dynamics of photoemission from a ferromagnetic material. The reported experiment paves the way to the realization of the spin-resolved spectroscopy of buried layers and buried interfaces, one of the issues inaccessible by the classical low-energy approach.

The magnetic states can be elucidated from magnetic dichroism measurements providing much higher detection efficiency<sup>[24]</sup> than that achieved in spin-resolved measurements with a spin detector. However, this does not exclude the necessity in direct spin-resolved measurements with spin detectors since the technique of spin-polarized state restoration from MCDAD and MLDAD is not well established yet.

Thus, spin-resolution in the HAXPES of valence states is highly desirable because it will provide the true electronic band structure of a bulk material. In particular, it avoids the various problems caused by surface states, surface reconstruction, and its termination or contamination.

### Acknowledgments

Financial support by Deutsche Forschungsgemeinschaft and the Strategic International Cooperative Program of JST is gratefully acknowledged (DFG-JST: FE633/6-1). The synchrotron radiation measurements were performed at BL47XU with the approval of the Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI; 2009B0017).

### References

- [1] J. Kübler, A. R. Williams and C. B. Sommers: *Phys. Rev. B* **28** (1983) 1745.
- [2] R. A. de Groot, F. M. Müller, P. G. van Engen and K. H. J. Buschow: *Phys. Rev. Lett.* **50** (1983) 2024.
- [3] K. Kobayashi, M. Yabashi, Y. Takata, T. Tokushima, S. Shin, K. Tamasaku, D. Miwa, T. Ishikawa, H. Nohira, T. Hattori, Y. Sugita, O. Nakatsuka, A. Sakai and S. Zaima: *Appl. Phys. Lett.* **83** (2003) 1005.
- [4] G. H. Fecher, B. Balke, A. Gloskowskii, S. Ouardi, C. Felser, T. Ishikawa, M. Yamamoto, Y. Yamashita, H. Yoshikawa, S. Ueda and K. Kobayashi: *Appl. Phys. Lett.* **92** (2008) 193513.
- [5] G. Stryganyuk, X. Kozina, G. H. Fecher, S. Ouardi, S. Chadov, C. Felser, G. Schoenhense, A. Oelsner, P. Bernhard, E. Ikenaga, T. Sugiyama, H. Sukegawa, Z. Wen, K. Inomata and K. Kobayashi: *Jpn. J. Appl. Phys.* **51** (2012) 016602.
- [6] G. H. Fecher, B. Balke, S. Ouardi, C. Felser, G. Schoenhense, E. Ikenaga, J.-J. Kim, S. Ueda and K. Kobayashi: *J. Phys. D* **40** (2007) 1576.
- [7] K. Kobayashi: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A* **601** (2009) 32.
- [8] T. J. Gay and F. B. Dunning: *Rev. Sci. Instrum.* **63** (1992) 1635.
- [9] D. Yu, C. Math, M. Meier, M. Escher, G. Rangelov and M. Donath: *Surf. Science* **601** (2007) 5803.
- [10] A. Winkelmann, D. Hartung, H. Engelhard, C.-T. Chiang and J. Kirschner: *Rev. Sci. Instrum.* **79** (2008) 083303.
- [11] T. Okuda, Y. Takeichi, Y. Maeda, A. Harasawa, I. Matsuda, T. Kinoshita and A. Kakizaki: *Rev. Sci. Instrum.* **79** (2008) 123117.
- [12] M. Kolbe, P. Lushchik, B. Petereit, H. J. Elmers, G. Schoenhense, A. Oelsner, C. Tusche and J. Kirschner: *Phys. Rev. Lett.* **107** (2011) 207601.
- [13] P. Carra and M. Altarelli: *Phys. Rev. Lett.* **64** (1990) 1286.
- [14] L. Baumgarten, C. M. Schneider, H. Petersen, F. Schaefer and J. Kirschner: *Phys. Rev. Lett.* **65** (1990) 492.
- [15] G. van der Laan: *Phys. Rev. B* **51** (1995) 240.
- [16] C. S. Fadley and D. A. Shirley: *Phys. Rev. A* **2** (1970) 1109.
- [17] D. Yu, C. Math, M. Meier, M. Escher, G. Rangelov

- and M. Donath: *Surf. Sci.* **601** (2007) 5803.
- [18] M. Suzuki, N. Kawamura, M. Mizukami, A. Urata, H. Maruyama, S. Goto and T. Ishikawa: *Jpn. J. Appl. Phys.* **37** (1998) L1488.
- [19] S. Ouardi, G. H. Fecher, X. Kozina, G. Stryganyuk, B. Balke, C. Felser, E. Ikenaga, T. Sugiyama, N. Kawamura, M. Suzuki and K. Kobayashi: *Phys. Rev. Lett.* **107** (2011) 036402.
- [20] R. Shan, H. Sukegawa, W. H. Wang et al.: *Phys. Rev. Lett.* **102** (2009) 246601.
- [21] J. Kessler. in *Polarized Electrons*, ed. G. Ecker, P. Lambropoulos and H. Walther (Springer, Berlin, 1985): Springer Series on Atoms and Plasmas, Vol. 1, p. 299.
- [22] J. Kirschner. in *Polarized Electrons at Surfaces*, ed. G. Hohler (Springer, Berlin, 1985): Springer Acts in Modern Physics, Vol. 106, p. 155.
- [23] H. Ebert and M. Battocletti: *Solid State Commun.* **98** (1996) 785.
- [24] X. Kozina, G. H. Fecher, G. Stryganyuk, S. Ouardi, B. Balke, C. Felser, G. Schoenhense, E. Ikenaga, T. Sugiyama, N. Kawamura, M. Suzuki, T. Taira, T. Uemura, M. Yamamoto, H. Sukegawa, W. Wang, K. Inomata and K. Kobayashi: *Phys. Rev. B* **84** (2011) 054449.
- [25] F. de Groot and A. Kotani: *Core Level Spectroscopy of Solids*, ed. D. D. Sarma, G. Kotliar and Y. Tokura: (CRC Press, Boca Raton, FL, 2008) Advances in Condensed Matter Science, Vol. 6, p. 490.
- [26] M. Kolbe, P. Lushchik, B. Petereit, H. J. Elmers, G. Schoenhense, A. Oelsner, C. Tusche and J. Kirschner: *Phys. Rev. Lett.* **107** (2011) 207601.
- [27] B. T. Thole and G. van der Laan: *Phys. Rev. B* **50** (1994) 11474.

Gregory STRYGANYUK

Johannes Gutenberg - Universität Mainz  
 Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
 〒 55099 Mainz, Germany  
 TEL : 0049 6131 39 22488  
 e-mail : stryganyuk@gmail.com

Xeniya KOZINA

Johannes Gutenberg - Universität Mainz  
 Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
 〒 55099 Mainz, Germany  
 TEL : 0049 6131 39 23222  
 e-mail : kozina@uni-mainz.de

Gerhard H. FECHER

Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe  
 〒 1187 Nöthnitzer Straße 40, Dresden, Germany  
 TEL : 0049 351 4646 3001  
 e-mail : fecher@cpfs.mpg.de  
 Johannes Gutenberg - Universität Mainz  
 Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
 〒 55099 Mainz, Germany  
 TEL : 0049 6131 39 25613  
 e-mail : fecher@uni-mainz.de

Claudia FELSER

Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe  
 〒 1187 Nöthnitzer Straße 40, Dresden, Germany  
 TEL : 0049 351 4646 3001  
 e-mail : felser@cpfs.mpg.de  
 Johannes Gutenberg - Universität Mainz  
 Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
 〒 55099 Mainz, Germany  
 TEL : 0049 6131 39 26266  
 e-mail : felser@uni-mainz.de

Gerd SCHÖNHENSE

Johannes Gutenberg - Universität Mainz  
 Institut für Physik  
 〒 55099 Mainz, Germany  
 TEL : 0049 6131 39 22276  
 e-mail : schoenhe@uni-mainz.de

Eiji IKENAGA

Japan Synchrotron Radiation Research Institute  
 Research & Utilization Division  
 〒 679-5198 1-1-1 Kouto, Sayo, Hyogo, Japan  
 TEL : 0081 791 58 0802  
 e-mail : ikenaga@spring8.or.jp

Takeharu SUGIYAMA

Japan Synchrotron Radiation Research Institute  
 Research & Utilization Division  
 〒 679-5198 1-1-1 Kouto Sayo, Hyogo, Japan  
 TEL : 0081 791 58 0833  
 e-mail : sugiyama@spring8.or.jp

Masafumi YAMAMOTO

Hokkaido University  
Division of Electronics for Informatics  
〒060-0814 Kita 14, Nishi 9, Kita-ku, Sapporo, Japan  
TEL : 0081 11 706 6439  
e-mail : yamamoto@nano.ist.hokudai.ac.jp

Koichiro INOMATA

National Institute for Material Science  
Magnetic Materials Center  
〒305-0047 1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki, Japan  
TEL : 0081 29 859 2540  
e-mail : INOMATA.Kouichiro@nims.go.jp

Keisuke KOBAYASHI

National Institute for Material Science  
NIMS Beamline Station at SPring-8  
〒679-5148 1-1-1 Kouto, Sayo, Hyogo, Japan  
TEL : 0081 791 58 1970  
e-mail : koba\_kei@spring8.or.jp  
Hiroshima University  
Hiroshima Synchrotron Radiation Center, HiSOR  
〒739-0046 Higashihiroshima, Hiroshima, Japan

## BL20B2 における X線位相差 CT の現状報告

財団法人高輝度光科学研究センター  
 利用研究促進部門 星野 真人、上杉 健太郎  
 八木 直人

### Abstract

X線位相イメージングは、X線と試料間において吸収コントラストによるイメージングでは試料中の僅かな密度差を認識できないような場合において、非常に高い感度でそれらを可視化できる測定手法である。位相情報を用いたX線位相差CTは、試料中の僅かな密度差に由来する構造を三次元で測定することが可能であり、主に軽元素で構成された軟組織構造を非破壊かつ高いコントラストで測定できるなど、バイオ・メディカルイメージングへの応用が可能である。BL20B2では、タルボ干渉計を用いたX線位相差CTが可能な光学系の整備を行ってきており、ラット脳全体の高感度三次元イメージングなど、ユーザーの持ち込み試料に対して、測定が行える環境が整っている。

### 1. はじめに

BL20B2は、SPring-8の中でも中尺の偏向電磁石ビームラインとして供用されており、特にX線イメージングビームラインとして、国内外問わず幅広いユーザーが実験を行っている<sup>[1]</sup>。イメージングにおいて、その見やすさを決定するのは、測定対象である試料とその周辺部との間で、どの程度コントラストの差(構造の鮮明さ・見やすさ)が生じるかであり、一般的なX線イメージングの場合、試料との相互作用(吸収)により、そのコントラストは決定される。しかしながら、測定対象によっては、使用するX線に対して十分な吸収コントラストが得られない場合がある。これは、特に測定対象が炭素や水素などの、主に軽元素で構成された生体軟組織の場合顕著である。普段我々が目にするレントゲン写真では、骨のような比較的高い密度が高い組織の場合、吸収コントラストだけでも他の組織と分離して測定することができる。しかし、例えば脳の中において、白質と灰白質組織間を染色等することなく高いコントラストで観察しようと思うと、吸収コントラストだけでそれらを鮮明に可視化することは極めて困難である。もちろん波長の長いX線(透過力の低いX線)を用いれば、ある一部の組織に対しては実効的に吸収量が増え、その構造を観察できるだけのコントラストが得られるかもしれないが、その場合、試料は波長の長いX線でも透過できるような薄切片にする必要があり、バルク情報は得られないというジレン

マに陥る。そこで、このような軟組織であっても比較的大きな体積を持つ試料に対して、吸収コントラストに比べてはるかに高いコントラストで測定できる手法が、X線の位相情報を用いたイメージング技術である<sup>[2]</sup>。

X線と試料との相互作用は、試料の複素屈折率( $n = 1 - \delta + i\beta$ )が大きく関係しており、吸収コントラストによるイメージングの場合、コントラスト生成には複素屈折率における虚部項である $\beta$ が関与してくる。一方で、吸収を無視した位相イメージングの場合( $\beta = 0$ )、実部項である $\delta$ が画像コントラストに対して支配的となる。通常10 keV以上の高エネルギーX線の場合、軽元素に対しては、 $\delta$ は $\beta$ に対して3桁程度大きな値を持つので、 $\delta$ を用いた位相イメージングは、 $\beta$ による吸収イメージングに比べて、約1000倍高い感度で測定することが可能となる。

X線の位相情報を用いたイメージング技術としていくつか測定手法が提案されているが、その中でもとりわけ高い感度で測定できる手法が、X線干渉計を用いた位相イメージングである<sup>[2]</sup>。BL20B2では、X線干渉計としてX線タルボ干渉計を導入したので、その整備状況と実際の試料の測定例について紹介する。

### 2. X線タルボ干渉計の概要

タルボ干渉計を用いたX線位相イメージングにつ



いては、文献 [3] ~ [5] に詳しく記載されているので、ここでは概要だけ述べる。タルボ干渉計は、透過型の回折格子を 2 枚用いるだけで実現することができる。試料によって僅かに屈折した X 線の角度広がりをもつ 2 枚の回折格子をアナライザーとして用いることで検出し、その角度広がりから試料による位相シフト量（微分位相）を求め画像化する。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、試料の直後に G1、検出器の直前に G2 が設置される [3]。タルボ干渉計の原理は、ある程度波面がそろった X 線が G1 を通過することにより、その通過直後では透過 X 線に強度変化は得られないが、ある距離を空間伝搬することで、回折効果により G1 と同じピッチを持った格子状強度分布（自己像）が形成される。試料を G1 の直前に置いた場合、この自己像は、試料によって歪められた波面の情報（試料によって屈折した X 線ビームの角度広がりの情報）を反映しているため、これを解析することにより、試料による位相シフト量を調べることができる。しかし、G1 の格子ピッチは、10  $\mu\text{m}$  もしくはそれ以下であるのが一般的なもので、その格子構造を十分な空間分解能と広い視野で測定可能な検出器は存在しないのが現状である。そこで、自己像が生成される位置に G2 を設置することにより、同じ格子ピッチを持った強度パターン同士の重ね合わせにより、モアレ縞が形成される。このモアレ縞は自己の情報を反映し、その縞間隔は、調整次第で格子パターンに比べて十分大きなものにするのが可能なので、従来の X 線画像検出器を用いても十分測定することが可能である。フリンジスキャンと呼ばれる位相回復法を用いることで、モアレ縞から近似的に

位相シフト量（実際得られるのはその 1 次元微分位相）を見積もることができる。

### 3. タルボ干渉計を用いた X 線位相差 CT 光学系

BL20B2 における X 線位相差 CT では、ラットの脳のような数 10 mm 径の大きさの試料を測定することを想定しているため、断面積の大きな X 線ビームが得られる医学利用棟実験ハッチ（光源からの距離 ~ 200 m）において光学系の整備を行った。位相差 CT 光学系の概要を Fig.1 に示す。光学系上流部から試料、G1、G2、X 線画像検出器の順番で並んでいる。試料と検出器の間に 2 枚の回折格子が設置されている以外は、BL20B2 で実施されている X 線マイクロ CT の光学系と同等のセットアップである。X 線マイクロ CT の詳細については、ビームラインのホームページ [1] に記載されているので、ここでは割愛する。フリンジスキャンによって得られた試料の微分位相像を、1 次元積分することにより位相像を求める。フラットフィールド補正として、試料を除いた位相像（ダイレクト像）を同様の方法で作成し、試料の位相像からダイレクト像を減算した画像を投影像として CT 再構成を行う。試料の位相投影像は X 線パスに対する位相シフト量の積算で表わされるため、CT 再構成により単位ピクセルあたりの位相シフト量（試料とその周りの媒質との位相差）を見積もることができる [4]。位相シフト量と複素屈折率における  $\delta$  は比例関係にあるため、再構成によって得られたピクセルあたりの位相シフト量から、屈折率差分布 ( $\Delta\delta$ ) を計算することができる。

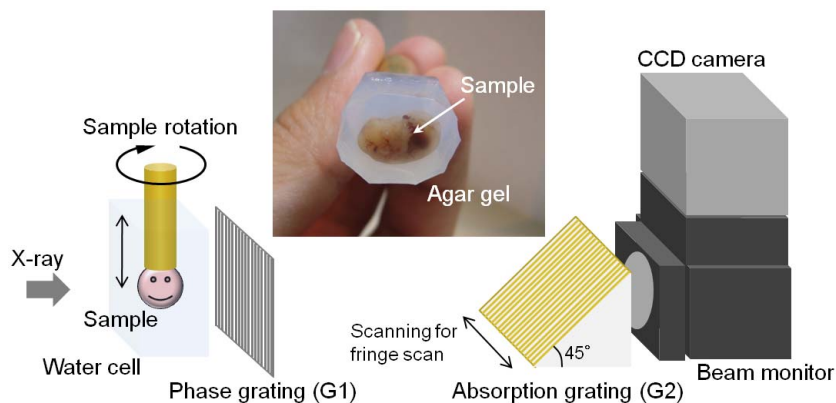


Fig.1 Illustration of X-ray grating interferometer. Inset: Photograph of sample embedded in agar block.

### 3-1 試料まわり

X線位相イメージングでは、試料を空气中に設置してしまうと、試料と空気の境界部分において、急激な位相変化（密度差）が生じてしまう。感度が高いX線干渉計では、急激な位相変化は、その境界部分で正しく位相情報を回復することを困難にする。そこで、空気に比べて密度が試料に近い溶液を満したセル中で測定を行うことで、試料とその周囲の溶媒との位相差を正しく検出することができる。また、試料を溶液中で測定することにより、乾燥による試料の変形を防ぐこともできる。生体組織の測定では、生理食塩水を用いている。試料セルの厚みは測定する試料の大きさに応じていくつか選択可能であるが、大抵の場合は厚さ25 mmのセルが使用される。試料については、ホルマリン固定されたものを標準的な試料と想定しており、ホルマリン固定された試料はそのままの状態、もしくは2%濃度のアガロースゲル（寒天）に包埋し試料ステージに取り付けられる。アガロースゲルに包埋した試料をFig.1中に示す。アガロースゲルに包埋することにより、試料の取り扱い（試料固定用ピンへの取り付けなど）が容易となり、ゲル自体がバッファーとなり不注意により試料自体を傷つけてしまう危険性も低減される。測定後にアガロースゲルを破ることにより、容易に試料を取り出すこともできる。これにより、位相差CTで測定した試料を研究室に持ち帰って、染色切片を作成し関心領域を顕微鏡観察することにより、位相差CTで測定したデータと比較することも可能である。

試料を溶液で満したセル中で回転させながら測定する都合上、試料は上から吊るすような形で取り付けられる。CT測定を行うための回転ステージと試料は、真鍮製のロッドを介して取り付けられており、試料交換はそのロッドごと交換する。

### 3-2 回折格子

G1およびG2（NTT-AT社製）は、それぞれ電子ビームリソグラフィ法によって製作されたものである。G1およびG2の外観をFig.2に示す。G1のパターン材質はタンタルであり、そのパターン厚は2.1  $\mu\text{m}$ である。また、G2のパターン材質は金であり、そのパターン厚は16.6  $\mu\text{m}$ である。格子ピッチはそれぞれ10  $\mu\text{m}$ であり、格子の描画領域は25 mm  $\times$  25 mmである。G1とG2間距離（分数タルボ距離  $L_T = pd^2/2\lambda$ ,  $p=1,3,5\cdots$ ）は、格子ピッチ

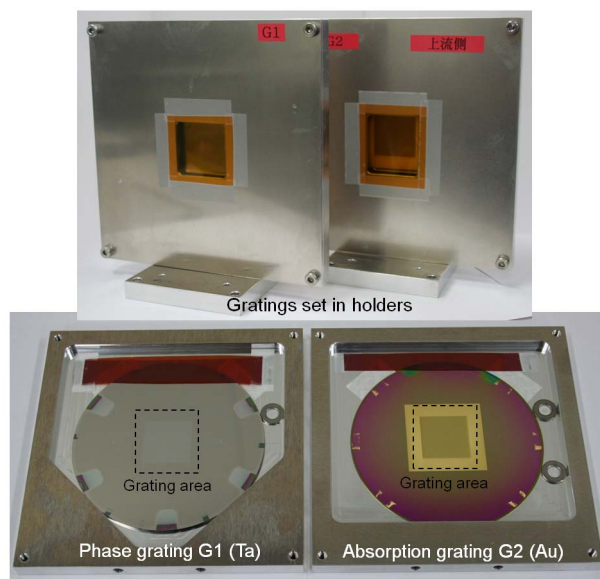


Fig.2 Photograph of phase grating (left) and absorption grating (right).

dとX線の波長 $\lambda$ によって決定され、X線エネルギー25 keVの場合、1次 ( $p=1$ ) の分数タルボ距離は1 mとなる。

G2は、パターン厚みが16.6  $\mu\text{m}$ であるため、25 keVのX線の透過率は約26%である。G2は、X線ビームに対して格子部分が完全吸収体であることが高いVisibilityのモアレ縞を得る上で望ましい（このVisibilityは高いほどよいとされる）。しかし、実際はパターン加工技術の制約により、完全な吸収パターンを作成することは困難である。そこで、G2による実効的な吸収率を上げるために、X線の光軸に対して格子パターンを45度傾けて使用している（Fig.1参照）。これにより、実効的な透過率は約15%に減少し、モアレ縞のVisibilityも傾ける前に比べて実測値で約1.3倍に向上する。

原理で述べたように、試料によって屈折したX線の角度広がりから位相シフト量を求めているため、観測面を試料から遠ざけることによりX線の角度広がりも大きくなり、干渉計としての感度は向上すると思われる。理想的な条件では、上記の式でpの次数を3次、5次と増やしていくことにより、格子間距離は大きくなり、感度も向上する。しかし、一般的な放射光光源の場合、X線ビームは部分的にコヒーレントな光であり、ある有限の大きさを持った放射光光源によって決定される格子面上でのコヒーレントな領域もまた有限の大きさとなる。これにより分数タルボ距離の次数を大きくしていくと、それ

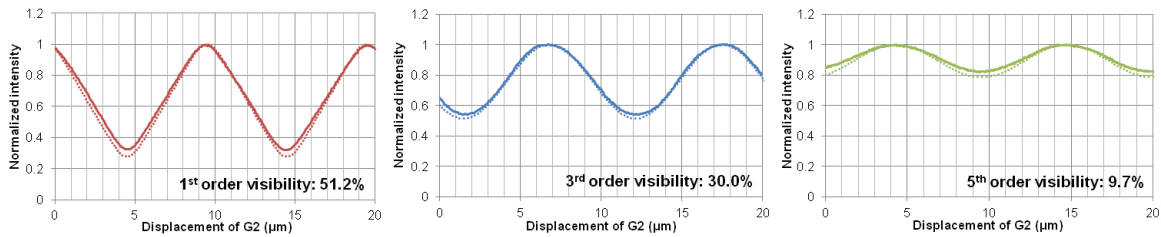


Fig.3 Visibility curves measured at 1<sup>st</sup>, 3<sup>rd</sup>, 5<sup>th</sup> fractional Talbot distance. Solid line: measured visibility, Broken line: calculated visibility.

だけ広いコヒーレントな領域が必要となり、高次になるほどモアレ縞の Visibility は低下していく。Fig.3に、 $p=1, 3, 5$ 次におけるモアレ縞の Visibility 曲線を示す。次数が大きくなるに従って、光源のコヒーレンスの影響により、モアレ縞のパターンは三角波形状から正弦波形状になり、Visibility も低下していくことがわかる。また、これらの Visibility 曲線は、理論計算（破線グラフ）とも良く一致する。一方で、試料から検出面までの距離が大きくなると、一般的にフレネル回折による試料エッジ部分のボケの影響により、空間分解能は低下する傾向にある。よって、格子間距離をむやみに大きくしてしまうと、Visibility の低下や、空間分解能の低下を招き、測定光学系としての性能はむしろ低下してしまうため、高い空間分解能と高感度イメージングが両立できるような条件で測定を行う必要がある。これらを考慮し条件を変えて測定を行った結果、X線エネルギー 25 keV における測定では、3次の分数タルボ距離 ( $p=3$ , 格子間距離 3  $\mu\text{m}$ ) が妥当と判断し、この条件で測定が行えるようなセットアップになっている。

### 3-3 X線画像検出器

X線画像検出器は、X線ビームを可視光に変換するビームモニターと、その可視光像を検出する CCD カメラによって構成される。ビームモニター、CCD カメラ、可視光像を CCD カメラに結像するためのカメラレンズ系を適宜選択することにより、実効的なピクセルサイズや撮影視野をある程度調整することは可能である。現状では、ピクセルサイズ 10~25 ミクロン程度で測定を行っている。X線画像検出器に関しては、基本的に X線マイクロ CT と共通していることが多く、詳細については省略するが、CCD カメラの特性などはビームラインのホームページで確認することができる [1]。

### 4. 生体軟組織の X線位相差 CT による測定例

BL20B2 における X線位相差 CT では、これまでにラットやマウスなど実験動物の摘出組織（脳、脊髄、眼球、心臓など）やマウス胎児に対して、吸収コントラストに比べて試料中の僅かな密度差を三次元で鮮明に可視化できることを確かめている [6]。位相差 CT により測定可能な試料の大きさは、原則的に回折格子の面積に依存しており、現状で幅 23 mm、高さ 17 mm 程度であるが、オフセット CT を用いることにより、最大幅 45 mm 程度の試料（高さは 17 mm）まで測定することが可能である。上記のピクセルサイズで測定を行った場合、測定時間は 1 サンプルあたり 3~4 時間程度で、空間分解能はピクセルサイズにも依存するが概算で 50  $\mu\text{m}$  程度である。X線位相差 CT では、軟組織で構成された試料に対してその僅かな密度差に由来する構造を解析するのに威力を発揮する。しかし、骨のような密度が高い部位が軟組織に付着しているような場合、骨と軟組織の境界部分で大きな位相差が生じてしまうため、X線干渉計による測定は非常に困難となる。よって、測定試料を準備する際は、その試料中で密度が極端に異なる部位が混在しないように注意する必要がある。このような高い感度での測定では、同様の理由で試料に小さな気泡が付着することにも注意が必要である。気泡は、試料をアガロースに包埋する際に付着しやすい。気泡の付着を防ぐために、包埋前に減圧装置を用いて脱気を行うことも一つの方法である。

X線位相差 CT の測定例として、ラット脳（ホルマリン固定済み標本）の測定結果について紹介する。検出器の実効画素サイズは 11.7  $\mu\text{m}$ 、検出器の視野は 23 mm (H)  $\times$  15 mm (V) で回折格子によって制約される視野よりも僅かに小さいが、成体ラットの脳全体（大脳+小脳）を一度に測定することは可能である。試料を 0.12 度ステップで 180 度回転させる



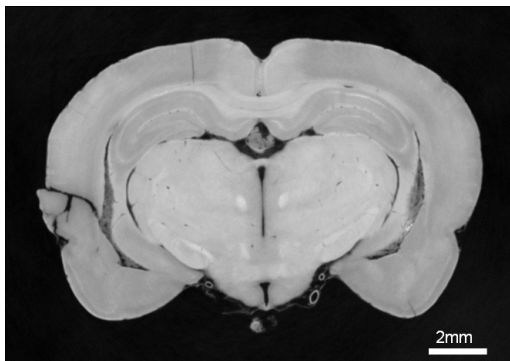


Fig.4 Coronal section of rat brain obtained from X-ray phase contrast tomography.

間に、1500枚の位相像を取得した。1枚の位相投影像を得るのに、G2を走査しながら5枚の画像を撮影しているため、実際の取得画像枚数は投影数×5となる。Fig.4に、ラット大脳の冠状断面を再構成した位相差CT像を示す。吸収CTでは可視化することができない海馬の構造など明瞭に測定できていることがわかる。再構成画像のバックラウンド値の揺らぎ ( $3\sigma$ ,  $\sigma$ は標準偏差) から求めた密度分解能は  $2.8 \text{ mg/cm}^3$  であり、非常に僅かな密度差まで画像化できることがわかる。位相差CTによって得られている脳構造の情報は、染色切片画像に匹敵するほどの情報が得られていることが確かめられている。位相差CTを用いることにより、染色切片を作成することなく、非破壊で有益な三次元情報が得られることから、病理の現場への応用が展開されている (脳サンプル：小野寺宏博士提供)。

## 5. まとめ

BL20B2では、タルボ干渉計を用いたX線位相差CTが行える光学系を導入し、ユーザー利用実験において供用が開始されている。本稿で紹介したようなラット脳をはじめ、様々な軟組織に対してその僅かな密度差を高いコントラストで測定できることを確かめている。また、位相差CTの再構成によって得られる屈折率差分布は、試料が軽元素で構成されている場合、試料の密度と近似的に比例関係にある。これにより、試料密度を定量することが可能となり、例えば眼球の位相差CTにおいて、水晶体断面におけるたんぱく濃度勾配を定量的に評価するような試みもなされている<sup>[7]</sup>。単に、CT測定により試料の断面画像や三次元画像を取得するだけでなく、定量分析ツールとして利用されることも期待される。

## 謝辞

国立病院機構西多賀病院の小野寺宏博士には、生体軟組織の測定例で示したラット脳の試料を提供していただいた。東京大学大学院の百生敦准教授には、BL20B2におけるX線干渉計を用いた位相イメージングにおいて、光学系を設計する上での貴重なアドバイスをいただいた。

## 参考文献

- [1] SPring-8におけるX線マイクロイメージング & マイクロCTについては以下のURL参照：  
<http://www-bl20.spring8.or.jp/>
- [2] A. Momose: Jpn. J. Appl. Phys. **44** (2005) 6355-6367.
- [3] A. Momose, S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai et al.: Jpn. J. Appl. Phys. **42** (2003) L866-L868.
- [4] A. Momose, W. Yashiro, Y. Takeda, Y. Suzuki and T. Hattori: Jpn. J. Appl. Phys. **45** (2006) 5254-5262.
- [5] T. Weitkamp, A. Diaz, C. David, F. Pfeiffer, M. Stampanoni et al.: Opt. Exp. **13** (2005) 6296-6304.
- [6] M. Hoshino, K. Uesugi and N. Yagi: Biol. Open (in press).
- [7] M. Hoshino, K. Uesugi, N. Yagi, S. Mohri, B. Pierscionek et al.: PLoS ONE **6** (9) (2011) e25140.

### 星野 真人 HOSHINO Masato

(財)高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : hoshino@spring8.or.jp

### 上杉 健太郎 UESUGI Kentaro

(財)高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : ueken@spring8.or.jp

### 八木 直人 YAGI Naoto

(財)高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : yagi@spring8.or.jp

## SACLAの供用について

財団法人高輝度光科学研究センター  
XFEL研究推進室 後藤 俊治

### 1. はじめに

SPring-8に併設して2006年度から建設が開始されたX線自由電子レーザー施設(SACLA)は、5年間をかけて2010年度に完成した。2011年3月にアンジュレータからの自発光を確認した後、4月以降電子ビームの調整およびアンジュレータを通る電子ビーム軌道の精密な調整が進められ、2011年6月7日に波長0.12 nmでファーストレーシングを達成した。マシンの調整状況について、詳しくは本報告と対をなす田中均氏の報告をご覧ください。

さて、SACLAの建設完了後、加速器およびビームラインのコミッショニングと並行して、2012年3月の供用開始に向けた各種の準備が進められてきた。財団法人高輝度光科学研究センター(JASRI)は、2011年3月にSACLAの登録施設利用促進機関に決定し、この後、利用者選定・利用支援に関する具体的な検討と作業を進めてきた。こうして、2011年

10月に第一期2012A期(2012年3月～7月)の利用研究課題の募集を開始、2012年1月末に実施課題を決定し、そして3月からの供用運転をむかえることになった。

ここでは、SACLAの利用にあたり必要と思われるSACLA供用に関する情報を提供したい。

### 2. 供用開始当初の共用機器

#### 2-1 利用可能なビームライン、実験ステーション

2012A期では、BL3の4つの実験ハッチおよびBL1の光学ハッチが共用装置として提供される。図1にその範囲を示した。なお、BL1は広帯域の自発光のみが利用可能であり、SASE光は利用できない状況にあるため、主たる利用の舞台はBL3ということになる。利用に際して特に関心の高いと思われるパラメータについて以下に示す。

- 1) フォトンエネルギー：4～20 keV

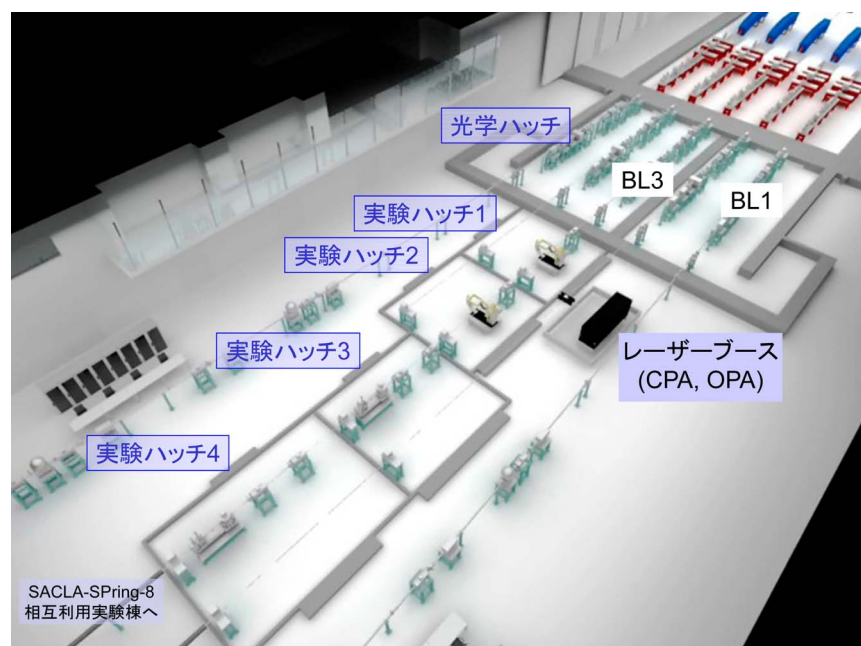


図1 2012A期に共用に供されるビームライン・実験ステーション



- 2) パルスエネルギー：0.1 mJ/pulseのオーダー  
(フォトンエネルギー依存性あり)
- 3) 繰り返し：10 Hz (定格60 Hz)
- 4) XFELパルス幅：～30 fs
- 5) ビーム発散角：1～2  $\mu$ rad

フォトンエネルギーとしては概ね上記の領域で供用運転時の利用も可能になる見込みであり、主として電子ビームのエネルギーとアンジュレータの磁石列のギャップの二つのパラメータにより制御されることになる。利用者による実際のフォトンエネルギー選択・変更の具体的な方法については現在検討中であるが、効率的な運用ができるようなシステムを早急に整備する予定である。実際の使用に際しては、施設側と相談して適切なフォトンエネルギーを選択した上で実験に臨んでいただきたい。繰り返しについては加速器のコンディショニングの状況などにより、少なくとも2012A期の供用運転においては10 Hzでビームを提供することになっている。今後の加速器の状況に応じて、2012年秋(2012B期)以降、現仕様での最大の60 Hzまでの運転を目指すことになる。ミラーによる集光の無い状態ではビームサイズとして実験ハッチ1～4において100～200  $\mu$ mの空間的にコヒーレントなビームが利用できる。

2012年1月に安全インターロックを含めSACLA-SPring-8相互利用実験棟の利用の準備が整った。SPring-8のBL32XUからとSACLA BL3からのビームライン延伸により、XFELとSPring-8の放射光の同時利用を可能とする。2012年度上旬からは主としてSACLA BL3側の延長としての試験調整が進められる。2012B期もしくは2013年度から供用になる見通しである。

## 2-2 SACLAにおける共用実験装置

- 共用に供される実験装置に関して、これまで、
- ・文部科学省「X線自由電子レーザー利用推進研究課題」(2006年度～2010年度)
  - ・理化学研究所「SACLA利用装置提案課題」(2011年度～)

などのプログラムにより施設内・外の研究グループの協力を得ながら整備と試験調整が続けられてきた。このなかで、まずは供用開始時点において利用可能な装置が公開され、2012A期の課題募集が開始されることになった。表1に主要な共用装置の概要をまとめた。

実験ハッチ2におけるポンプ・プローブ計測システムにおいては、試料周りのアタッチメントを変更することにより、気液固相を問わず様々な状態の試料に対応できるようになっている。実験ハッチ3に整備されるコヒーレントイメージングシステムにおいては、試料照射部としてクライオ固定照射装置と、液相・気相試料導入装置が整備される。同じく実験ハッチ3に整備された集光ミラーにより1  $\mu$ mのコヒーレントな集光ビームの利用が可能になっている。また、共用の同期レーザーとして、チャープパルス増幅器(CPA)および光パラメトリック増幅器(OPA)が実験ハッチ2、3において利用可能である。一方、現在共用になっていない装置についても試験調整を継続し、順次可能なものは共用化される予定であり、また、新規装置の開発と共用化も継続して行われる予定となっている。

試料については、SPring-8にはないXFELの新たな利用の観点から、より多様な試料が持ち込まれることが想定される。利用研究課題申請書には、想定できる試料の種類、形態、量、取り扱い方法などに

表1 2012A期にBL3において共用に供される主要機器

	実験ハッチ1	実験ハッチ2	実験ハッチ3	実験ハッチ4
共用実験システム	・XFEL先進光学装置開発システム	・ポンプ・プローブ計測システム	・コヒーレントイメージングシステム ・時間分解多元分光システム	・大型持ち込み装置
集光光学系	-	-	1 $\mu$ mコヒーレント集光装置	-
同期レーザー	-	CPA,OPA出力が利用可能	CPA出力が利用可能	-

ついてSPring-8の申請よりもより詳しく記述していただくことになっており、また、JASRIおよび理化学研究所の安全管理室を中心とした安全審査をクリアした上ではじめて実施可能となる。特にウィルスなどの生体試料の取り扱いに関しては、厳しい審査をクリアしていただく必要がある。場合によって外部の委員を加えたバイオセーフティ委員会による審査をクリアした上での課題実施となることを付記しておく。施設者側としても事例を蓄積しつつ、柔軟に対応し、必要に応じて装置等の整備をしていくことが今後の課題である。

### 2-3 運転スケジュールに関する考え方

2012年度はSACLAの総運転時間の半分程度を共用実験に提供する予定となっている。一方で、同程度の時間を加速器、ビームライン、実験ステーションのさらなる整備、調整、安定化、および高度化に使用する予定となっている。特に、加速器の状態を把握・調整し、レーザー発振を維持するためには、2週間に一度程度の調整が必須であり、施設での立上げ、調整、高度化と共用運転のバランスを考慮して2週間モードでの運転を実施することを計画している。SPring-8では1シフト8時間で1日を3シフトに区切ったビームタイム配分が行われているが、SACLAでは、1シフト12時間、1日を昼夜2シフトで区切りビームタイム配分が行われる。原則として、一週目の水曜日午前10時から二週目の水曜日午前10時までの14シフトが共用運転にあてられる。

### 3. 利用研究課題選定など

SPring-8と同様にSACLAにおいても選定委員会、およびその下で実際の利用研究課題を審査する利用研究課題審査委員会が設置されている。選定委員会では、国の基本方針などに基づいた課題選定に関する基本的な考え方などが策定された。この中で、「X線自由電子レーザー利用推進計画(中間報告)」(平成23年6月27日、X線自由電子レーザー利用推進戦略会議(文部科学省))の考えを踏まえ、2012Aでの課題募集については一般課題と重点戦略課題の二つのカテゴリで課題募集することになった。重点戦略分野は

#### 1) 生体分子の階層構造ダイナミクス(5課題)

- ・創薬ターゲット膜タンパク質のナノ結晶を用いた構造解析
- ・細胞全体およびその部分の生きた状態でのイ

#### メージング

- ・超分子複合体の一分子構造解析
  - ・一分子X線回折実験とスパコン解析を融合させたダイナミクス研究
  - ・ポンプ・プローブ法を適用した動的構造解析
- #### 2) ピコ・フェムト秒ダイナミクスイメージング(5課題)
- ・気相・液相・固相反応ダイナミクス
  - ・界面反応の超高速過程
  - ・電荷発生・電荷移動ダイナミクス
  - ・極端条件下の超高速過程
  - ・動的X線分光科学

であり、また一般課題は特定のテーマ等を設定せずに公募する課題である。これらは、いずれも成果を専有せずに公開する義務を有する「成果非専有課題」のみに限られている。

利用研究課題については、科学技術的妥当性、研究手段としてのSACLAの必要性、実験内容の技術的な実施可能性、実施内容の安全性などが、総合的かつ専門的に検討評価され、課題が選定されることになった。

JASRIではこのような基本方針に基づいて、また理化学研究所とも協議をしながら2012A期における課題募集に関する要領を定め、2011年10月6日に課題募集を開始した。課題応募は12月15日に締め切られ、上記の基準による審査が行われ、総合的な判断に基づいて実施課題の採否が決定された。2012年2月初旬に最初の課題選定の採否の結果が各課題応募者に伝えられた。2012A期においては応募55課題のうち25課題が採択された。

また、引き続き2012B期(2012年9月～2013年3月の予定)についても2012年5月ごろから課題募集が開始される予定である。詳しくは、Webなどにより最新の情報を参照されたい。2012B期においてもほぼ同様の考え方で利用研究課題の募集が行われることになるだろう。当面はSPring-8と同じように基本的に年に二回の課題募集・利用ということで進められると思うが、利用の状況と成果の出方を見つつ選定方法が議論・修正されていく可能性もある。

### 4. おわりに

SACLAは第一期の課題選定を終え、2012年の上期の共用運転をむかえることとなった。コミッション、安定化、および高度化を経て刻々と立ち上

がり、さらに整備が進んでいる施設の技術情報に加えて、供用に関する情報も Web、講習会、シンポジウム等を介して利用者に情報提供を行っている。また、本誌を通じて適宜ビームラインや共用装置の情報を、利用成果も伴いながらお知らせできるようにしたいと考える。SACLAの利用を検討される皆様には、本誌の今後の記事や以下に示すチャンネル、その他の手段を通じて、常に最新の情報を入手していただきたい。またSACLAの利用に対する要望や期待が寄せられることをお願いする次第である。

無事供用開始をむかえるにあたり、独立行政法人理化学研究所および財団法人高輝度光科学研究センターの関係各位のみならず、選定委員会、利用研究課題審査委員会の委員の方々、その他外部機関の関係各位のそれぞれのご尽力があったことを最後に申し添えたい。

問い合わせ：

1) 電子メール

- ・ 利用一般に関すること：sacla.jasri@spring8.or.jp
- ・ 技術的なこと：sacla-bl.jasri@spring8.or.jp

2) ホームページ

- ・ 利用制度/募集案内：<http://sacla.xfel.jp/proposal>
- ・ 技術情報：<http://xfel.riken.jp/users>

後藤 俊治 GOTO Shunji

(財)高輝度光科学研究センター XFEL 研究推進室

TEL：0791-58-0877

e-mail：sgoto@spring8.or.jp

## SACLA の調整状況

独立行政法人理化学研究所 播磨研究所  
XFEL 研究開発部門 田中 均

SACLA のビームコミッショニングは約 4 ヶ月に渡る RF 機器の高出力コンディショニングを経て 2011 年 2 月 21 日から開始された。Fig. 1 にビーム調整前に想定した調整スケジュールとマイルストーンを示す。ビーム調整は、電子ビームを最終ビームダンプまで加速し、システムの基本性能の確認を行う「初期調整」とレーザー増幅を目指した「精密調整」の 2 つの段階に分けられる。

初期調整は 3 月中のフルエネルギー加速達成とアンジュレータからの自発放射の確認を目標に進められた。モジュレータ用インバータ電源のトラブルにより遅れていた RF 機器のコンディショニングをカバーするため、加速器上流のビーム調整は、両立可能な RF 機器のコンディショニングと同時並行で行った。電子銃の健全性を確認するため、500 kV で引き出された電子ビームの規格化エミッタンス（電子が静止している状態に外挿した 2 次元横方向位相空間の面積に相当し、横方向空間での電子ビームの

シャープさを表す指標）を先ず計測し、ほぼ設計値の 1p mm mrad を実測した。初期電子ビームの健全性を確認した後、SCSS 試験加速器で確立した手順に従い<sup>[1]</sup>、ビームの初期条件の評価、238 MHz サブハーモニックバンチャー (SHB) の電圧校正とクレスト位相決定、476 MHz ブースター空洞の電圧校正とクレスト位相決定、波長計<sup>[2]</sup> によるバンチアップ信号測定とビーム誘起信号によるクレスト位相決定の信頼性評価、磁気レンズの収束パラメータ設定と各部でのプロファイル確認等を行い第一圧縮器までの加速器パラメータの大まかな設定を実施した。S-band 加速システムは設計値である -20 度（クレスト基準）に、第 2 バンチ圧縮器以降の C-band 加速システムは全てクレスト位相に設定しビームダンプへ加速電子ビームを出射する準備をほぼ 1 ヶ月で整えた。そして 7.8 GeV まで加速された電子ビームを、3 月 23 日に BL1 の最終ビームダンプまで導いた後で、電子ビームの出射を BL1 から BL3 のビームダ

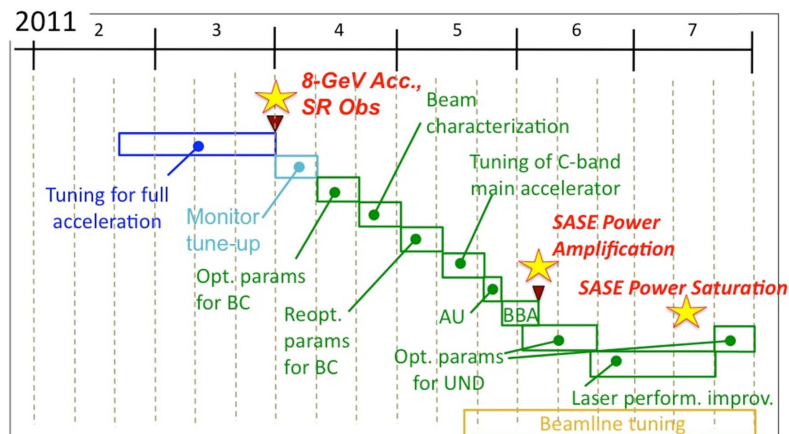


Fig. 1 Beam commissioning plan. The blue, cyan, green and orange squares represent rough beam tuning, monitor tune-up, precise beam tuning, and photon beamline tuning, respectively. The yellow stars represent the key milestones in the commissioning. BC, bunch compressor; AU, alignment using an alignment-undulator; BBA, beam-based alignment; UND, undulator.

ンプに切り替え、BL3に設置された18台のアンジュレータの1台、上流から16台目のアンジュレータギャップを5 mmまで閉め、自発光を発生させた。このX線を下流の光学ハッチの分光器システムに通し、スペクトルを計測し、0.8 ÅのX線が生成されている事を確認した。最後に18台のアンジュレータを所定のギャップまで閉じ放射を観測したが、この時点でレーザー増幅は観測できなかった。

初期調整では基本性能を速やかに確認するため、ビームを最短で最終ダンプまで出射することを目標に掲げ、スクリーンモニター等最小限の情報を使いラフな調整を行った。レーザー増幅を目指した精密調整では精度の高いより多くの情報が必要になるので、ビームポジションモニター (BPM) やオプティカル遷移放射 (OTR) によるプロファイルモニター、電流モニター (CT) 等が必要な精度で使用できるように電子ビームを用いた調整を最初に実施した。その後、Fig. 1に示すステップを踏みながら多段のバンチ圧縮プロセスの最適パラメータ設定を行った。5月中旬には加速器の調整を一通り終え、アンジュレー

タの精密調整へとコマを進めた。電子ビームを用いたアンジュレータラインのアライメントで手間取ったものの、6月7日には1.2 Åでのレーザー増幅の初観測を達成、夏前までにレーザー増幅波長を0.8 Åまで低減した。夏期長期停止以降は、レーザー出力の増大を目指して調整を進め、10月には1.2 Åにて0.15 mJ/pulse、2.3 Åにて0.5 mJ/pulseを達成すると共に、レーザー増幅最短波長を0.6 Åまで低減し、レーザー強度とレーザー波長に関し、ほぼ設計目標をクリアできた。Fig. 2に計画したビーム調整と実際に行われた調整を時間軸上のマイルストーンにより比較して示す。レーザー強度を引き上げるのに若干手間取ったものの、SACLAのビーム調整は、概ね計画通りに進展した事が分かる。

主要な光源性能を Table 1に示す。現状、利用可能なレーザー波長範囲は、約0.6~3 Åであり、レーザーのパルスエネルギーは波長に強く依存し、長波長程高い強度が得られる傾向にある。レーザー波長が1 Å以上であれば0.1 mJを超えるパルスエネルギーが得られ、出力飽和領域での使用が可能であ

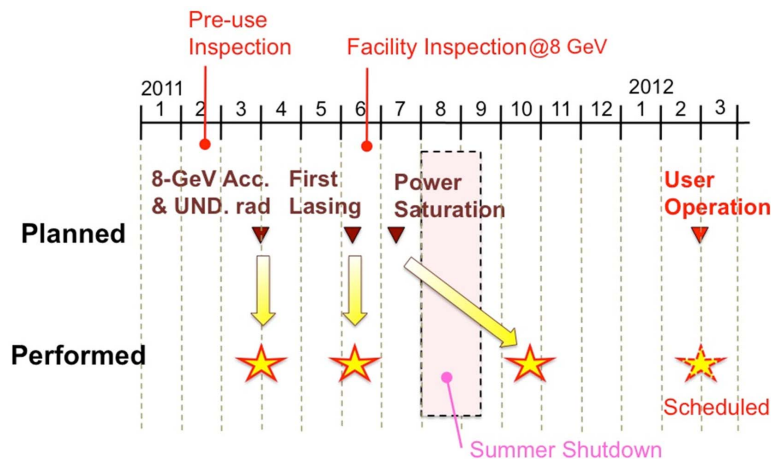


Fig. 2 Comparison between the planned and performed beam commissioning schedules. The stars represent the key milestones in the commissioning.

Table 1 Achieved SASE FEL performance

Pulse Energy* Ep	Sub-mJ @ λ ≥ 1 Å
Electron Beam Pulse Duration* τe	30~70 fs (FWHM)
Intensity Fluctuation*	10 ~ 20 %
Spatial Coherence	Nearly full
Repetition Rate	10 Hz (Max. 60 Hz)

\*Achieved values depend on the lasing wavelength



る。同一のレーザー波長の場合、高いエネルギーで、かつ、大きなK値を用いる方がパルスエネルギーは高くなる。Fig. 3とFig. 4にほぼ同じ時期に取得した波長1.2 Åのレーザーのゲインカーブとスペクトルを示す。ゲインカーブからレーザー増幅利得は $5 \times 10^3$ 程度であり、ゲインが10台目のアンジュレータ付近から横ばいとなる、並びに強度変動が20%以下まで低減する事から、レーザー出力が飽和領域に達したと考えられる。飽和時の強度変動は加速器の不安定性も繰り込んで16% ( $\sigma$ )である。Fig. 4のレーザースペクトルには、この増幅利得に対応した自発光からのピーク強度増大が見て取れる。

レーザー増幅時における電子ビームの電流ピーク時間幅は、バンチ圧縮条件により異なるが30~70 fs程度である。レーザーのパルス幅は、一般的にはこの幅に比べて狭く、しかもその中に多数のモードが混在し、スパイク上のスペクトルを構成する。最大ピーク出力は、このスパイク部に対応し、パルスエネルギーをパルス幅で割り算した平均値に比べ数倍は高く、現状でも10 GWは超えていると推定される。

レーザーの運転状況は現状次の様になっている。運転中の平均トリップ頻度は、10 Hzの繰り返しであれば30~40分に1回程度である。レーザー波長が長くなる(エネルギーが低くなる)ほどRF高出力機器の使用数が減り、トリップ頻度は減少する。一方で、レーザーの繰り返しを増やすにつれて、単位時

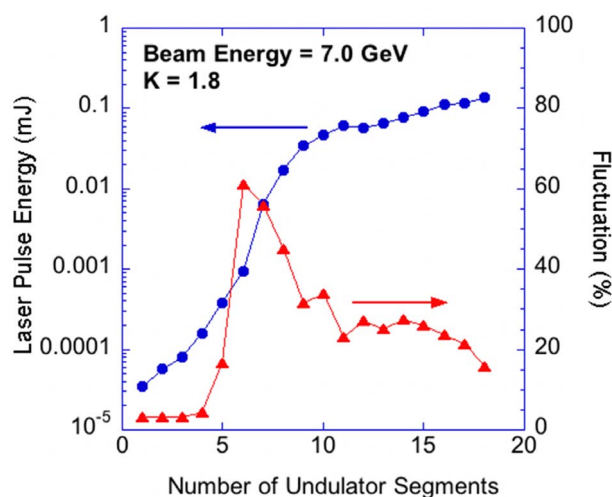


Fig. 3 Gain curve for a photon energy of 10 keV together with an intensity fluctuation. The laser intensity was measured by the developed backscattering-based monitor<sup>[3]</sup>. The beam energy and K-value were set to 7.0 GeV and 1.8, respectively.

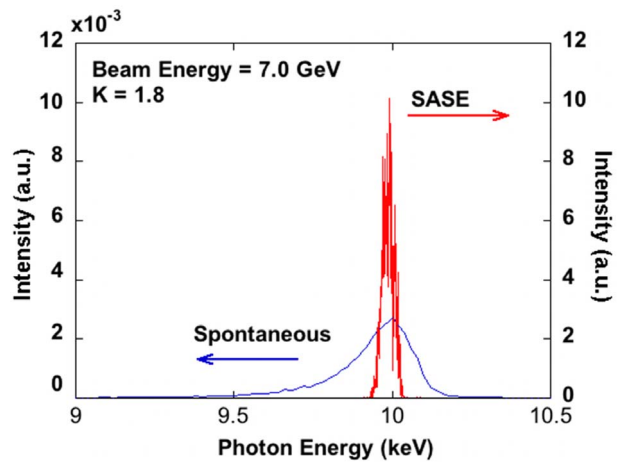


Fig. 4 Spectrum of 10 keV (1.2 Å) SASE FEL together with the spontaneous radiation. Each datum shows an average of 10 shots. The beam energy and K-value were set to 7.0 GeV and 1.8, respectively.

間あたりのトリップ数は増加する。トリップ頻度を低く抑える立場から、レーザーの繰り返しを10 Hzからスタートするが、できるだけ速やかにコンディショニングを進め、設計目標値の60 Hzへ引き上げる予定である。現状では、RF高出力機器のトリップからレーザー運転の再開には、おおよそ5分を要する。復帰後のレーザーの再現性は高く、トリップのレーザー特性への影響はないが、レーザー復帰までの時間を最小化しよう今後復帰手順の効率化を進める。レーザー運転に実績のある最大電子ビームエネルギーは8.3 GeVであるが、3月からのユーザー運転では、トラブル時の待機号機の確保も考慮し、当面は最大ビームエネルギーを8 GeVとして運転の信頼性を確保する。

アンジュレータのK値制御は、ギャップ変更に対するフィードフォワード補正テーブルの精度が不十分で、設定を変更する度に軌道調整を必要としてきた。この理由は、補正テーブル作成時に不可欠なビーム軌道変位測定に加速器不安定性に起因するノイズが混入しているからである。このノイズ除去の手順が最近確立したことで安定なレーザー増幅を維持できる補正精度を達成する見通しが得られ、ユーザー運転までには実験ホールから自由にK値を変更できるシステムを導入する予定である。Fig. 5にレーザー波長2.3 Åの約1時間にわたるレーザー強度変動の例を示す。この測定では、レーザー強度変動は約13% ( $\sigma$ )であった。

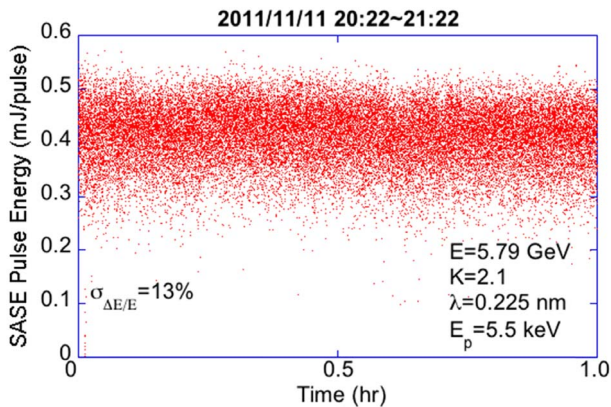


Fig. 5 Variation of SASE FEL intensity over 1 hr. The laser wavelength is about 2.3 Å.

#### 参考文献

- [1] T. Shintake et. al.: *Phys. Rev. ST Accel. Beams* **12** (2009) 070701.
- [2] H. Maesaka, T. Shintake, Y. Otake, T. Hara, K. Togawa, T. Tanikawa, M. Yabashi, H. Tanaka and SCSS Group: in Proceedings of the 3rd Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, Sendai, Japan (2006) (Tohoku University, Sendai, Japan, 2006) 328–330, only title and abstract in English.
- [3] K. Tono, T. Kudo, M. Yabashi, T. Tachibana, Y. Feng, D. Fritz, J. Hastings and T. Ishikawa: *Rev. Sci. Instrum.* **82** (2011) 023108.

田中 均 TANAKA Hitoshi

(独) 理化学研究所 播磨研究所 XFEL 研究開発部門

〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1

TEL : 0791-58-2857

e-mail : tanaka@spring8.or.jp

# SPring-8 コンファレンス 2011

## SPring-8 の先端性・多様性と元気な日本の再創造 — エネルギー問題の解決を目指して —

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用研究促進部門 藤原 明比古  
(SPring-8 コンファレンス 2011 実行委員長)

### 1. はじめに

2011年11月1日、2日の両日、東京ステーションコンファレンスにおいて、“SPring-8の先端性・多様性と元気な日本の再創造—エネルギー問題の解決を目指して—”と題してSPring-8コンファレンス2011を開催した。これまで、SPring-8では、施設の現状報告や学術界の利用成果報告を目的としたSPring-8シンポジウムを1997年から、産業界ユーザーの交流を目指したSPring-8産業利用報告会を2004年から開催してきた。2009年からは、学術と産業分野との交流による相乗効果を期待してこれら二つの会を合同で開催することで利用研究の活性化を図ってきた。今回からは、今日の社会的要請に応えるべく、最先端計測基盤のポテンシャルと成果をより広く社会に発信し、その利活用の幅を広げる機会として、装いを新たにSPring-8コンファレンスとして再出発することとした。

「東日本大震災からの復興」と「持続可能な社会実現のためのエネルギー問題の解決」が緊急の課題となっている我が国では、これらの問題解決に対する最先端の科学技術が担う役割が注目されている。そこで、今回のコンファレンスでは、日本再生に向けて期待の大きい研究の中から、「燃料電池」、「蓄電池」、「太陽電池」開発の3つのプロジェクトに焦点を当て、テーマセッションを設定した。また、世界をリードする研究者、若手研究者によるSPring-8の卓越した成果を紹介するSPring-8利用成果講演セッションを設けた。コンファレンス最後には、パネル討論を設定し、講演会での議論をさらに発展させることを目的とした。そして、エネルギー・環境問題解決のためのプロジェクト遂行のあり方やSPring-8の研究開発の役割と可能性、それらを実現する利活用の仕組み等についての議論の場とした。本稿の最後にコンファレンスのプログラムを掲載するので参照いただきたい。

今年のコンファレンスは、(独)理化学研究所(以

下理研)、(財)高輝度光科学研究センター(以下JASRI)、SPring-8利用者懇談会の主催、SPring-8利用推進協議会の共催、SPring-8に専用施設を設置している大阪大学核物理研究センター、大阪大学蛋白質研究所、京都大学産官学連携本部、(財)国家同步輻射研究中心、産業用専用ビームライン建設利用共同体、蛋白質構造解析コンソーシアム、電気通信大学、東京大学放射光連携研究機構、(株)豊田中央研究所、(独)日本原子力研究開発機構、兵庫県、(独)物質・材料研究機構、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の協賛という従来の関係機関・団体に加え、コンファレンスの趣旨にご賛同いただいた(独)科学技術振興機構、(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構(以下NEDO)、日本放射光学会に協賛に加わっていただき、文部科学省の後援のもとで、コンファレンスを開催した。

### 2. オープニングセッション

SPring-8コンファレンス2011の主催者を代表して理研の田中正朗理事、JASRIの白川哲久理事長より挨拶があり、コンファレンスが開会した。田中理事は、理研における東日本大震災対策の取り組みに触れ、その中で、SPring-8における被災地域の量子ビーム施設利用者の支援などの対応について紹介した。また、第4期科学技術基本計画におけるSTIR(科学・技術・イノベーション・復興)の方向付けに従って、理研が有するSPring-8、X線自由電子レーザー施設SACLA、次世代スーパーコンピューター京の連携による先鋭的な研究を推し進め、広く社会に還元していく方針が示された。白川理事長は、平成9年10月の供用開始からの延べ利用者数が13万人に達成したこと、BLの運転・整備状況(53本稼働中、4本建設中)、成熟期をむかえたSPring-8の基礎研究から製品開発にわたる広い範囲での社会貢献を紹介した。さらに、安全で持続可能なエネルギーシステムなど日本が進めるべき研究開発におい



写真1 文部科学省 戸渡大臣官房審議官の挨拶

でも、研究基盤として、また、産学官連携のプラットフォームとしての役割を担う方針を示すとともに、この取り組みへの関係各位への協力をお願いした。

来賓として出席いただいた文部科学省の戸渡速志大臣官房審議官（写真1）より、第4期科学技術基本計画の大きな柱となるグリーンイノベーション、ライフイノベーションを支える研究基盤としてのSPring-8と6月に世界最短波長のレーザー発振に成功したX線自由電子レーザー施設SACLAの着実な発展に対して評価いただくとともに、今後の世界に先駆けた成果創出に向けた有効な施設の利活用、成果の情報発信へ期待したいとの挨拶をいただいた。

### 3. テーマセッション

テーマセッション（Session II、IV、VII、IX）では、「エネルギー科学の展望」と題して、日本が直面する課題解決に向けたプロジェクトと放射光施設の今後の在り方についての問題提起をした後、「燃料電池」、「蓄電池」、「太陽電池」開発のプロジェクト毎に、企業の研究開発のリーダー、NEDOプロジェクトの学術リーダー、産学専用ビームライン関係者等の、産学官のキーパーソンによる基調講演が行われ、課題解決に向けた取り組みについて活発な議論が行われた。

Session II 「エネルギー科学の展望」では、NEDOの佐藤嘉晃部長（写真2）より、「我が国を支えるエネルギー科学とイノベーション」と題して、現在の日本が抱えるエネルギー問題とそれに対する政府の施策、NEDOの取り組みが紹介された。産学官横断型のプロジェクトマネジメントにおいては、企業等が単独で行えない技術開発・基盤整備を競争力強化の視点で企画することの重要性が指摘された。加えて、ロードマップのタイムリーな見直しと共有化による実践の有用性が示された。つづいて、理研播磨研究所の石川哲也所長より、「課題解決基盤としてのSPring-8とSACLA」と題して、SPring-8の課題解決基盤としての実績、SACLAへの期待が示され、放射光施設とX線自由電子レーザー施設が共存する世界唯一の研究基盤での相乗効果とそれらのエネルギー科学への貢献についての展望が示された。石川所長の「SPring-8は“Solving Problems ring 8 GeV”である」という表現を通して、SPring-8の課題解決への決意が参加者に伝えられた。

Session IV 「燃料電池とイノベーション」では、東京工業大学の宮田清蔵特任教授より、「燃料電池・水素技術開発がもたらすイノベーション」と題して、燃料電池において重要な役割を担う触媒材料について、白金代替材料としてのカーボンアロイの開発プロジェクトが紹介され、カーボンのハニカム構造内のジグザグ端部分への窒素導入が、触媒作用に寄与するという理論と実験による検証結果が示された。電気通信大学の岩澤康裕特任教授は、「燃料電池開発とグリーンサステイナブルケミストリーを牽引する触媒化学のフロンティア」と題して、放射

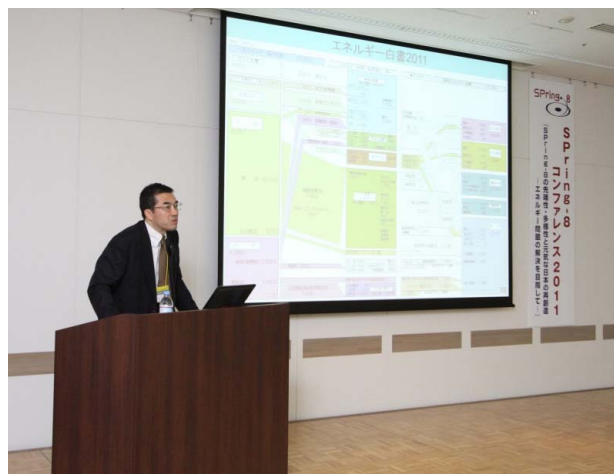


写真2 NEDO佐藤部長の講演



光によるX線吸収微細構造(XAFS)測定によって、これまで不可能であった触媒動作のその場観察を可能とし、解明された動作中でのミクロな現象を紹介した。更に、新設のSPring-8専用ビームライン「BL36XU：先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン」の利活用プロジェクトの展望-科学に基づいた燃料電池触媒の設計指針の提供-が示された。

Session VII「蓄電池のフロンティア」では、三菱自動車工業の原口和典部長より、「EV開発のフロンティア-電気自動車が切り拓く『自動車の次の100年』」と題して、電気自動車の開発動向、東日本大震災後の復旧活動での電気自動車の活躍、エネルギーの有効活用にむけた「スマートグリッドシステム」の一部としての電気自動車の役割が示された。その一方で、低コスト化、高容量化、開発速度の促進などの課題が指摘された。京都大学の小久見善八特任教授からは、「次世代エネルギーシステムを支える革新蓄電池技術」と題して、放射光による実デバイス内のマルチスケールその場測定の研究例が紹介された。純粋な電池正極活物質では分解が起こるのに対し、酸化膜被覆した材料では活性機能は維持されたまま乱れが抑制される様子がミクロスコピックに証明されたことが強調された。更に、新設のSPring-8専用ビームライン「BL28XU：京都大学革新型蓄電池先端基礎科学」とNMR、中性子実験、スーパーコンピュータの協奏的活用による蓄電池の開発展望が示された。

Session IX「太陽光発電の未来」では、シャープの村松哲郎本部長より、「太陽光発電を核としたエネルギーソリューションの展望」と題して、資源の枯渇や地域の問題のない太陽光発電社会実現に向けて、2050年時点での効率が50%以上、寿命が50年以上、ワット単価が50円以下の目標設定が示された。この実現のためには、学問の統一、産学官連携による課題解決型プロジェクトの企画、要素技術の体系化が必要であることが強調された。豊田工業大学の山下祥雄准教授からは、「太陽電池材料開発の現状と展望」と題して、現在主流の結晶シリコン太陽電池や、近い将来重要な役割が期待されている集光型多接合太陽電池での課題(不純物、パッシベーション膜、界面格子不整合・格子欠陥)にSPring-8の分光・回折実験の評価が欠かせないツールであることが示され、今後は、プラットフォームによる日本全体の技術力向上が必要であると示された。

#### 4. SPring-8利用成果講演セッション

Session III、VIIIでは、「エネルギー問題に取り組む材料科学」と題して、世界の材料科学を牽引する研究者による招待講演で、SPring-8の活用がキーとなった研究成果を紹介していただいた。東京工業大学の細野秀雄教授は、「透明酸化物の科学とSPring-8」と題して、高性能透明トランジスタ、セメント金属、鉄系超電導の発見の意義と研究成果の実用化・製品化の具体例とともに、その研究過程で、SPring-8での硬X線光電子分光、精密X線回折実験による電子構造・電子密度分布の理解が問題解決の転機となったエピソードを紹介した。実用化に直結する材料開発の醍醐味が聴衆を魅了した。東京大学の相田卓三教授は、「新機能のデザインとSPring-8」と題して、ブラシ状高分子配向フィルムの光照射による形状変化や95%以上の水成分を含むにもかかわらず高強度で修復機能を持つアクアマテリアルなど新規機能材料を紹介した。また、それらのマクロな機能の理解にはSPring-8の分子レベルでの構造理解が必要不可欠であったことを示した。地球上どこにも存在する水を、物質作製のための材料や資源として利用可能としたいという展望は刺激的であった。京都大学の北川進教授は、「機能空間の化学とSPring-8」と題して、機能としての空間を設計する多孔性錯体材料において、その空間での分子認識、凝縮、分離や変換などの機能創出とそれを支えたSPring-8での分子可視化実験を紹介した後、これら材料の活用による環境問題、エネルギー問題解決への将来展望を示した。地下・化石資源から気体・水資源への転換が将来の持続的社会的実現に貢献するという提案は魅力的であった。

「SPring-8萌芽的研究アワード受賞講演」(Session V)では、SPring-8シンポジウムからの恒例となっている萌芽的研究支援課題のアワード受賞



写真3 講演会場





写真4 SPring-8 萌芽的研究アワード受賞者

式（写真4）と受賞講演を行った。この賞は、SPring-8を有効に活用し、新規性、独創性、発展性のあるテーマを主体的に推進した大学院生の課題実施者に授与されるもので、今年も11件の応募の中から、特に優れた2件の研究がアワードを受賞した。広島大学大学院（課題採択時）の嶋本洋子氏は、「マイクロXRF-XAFS法による化学形態決定に基づく地層深部でのヨウ素の移行挙動解析」の課題で、放射性廃棄物の地層処分の安全評価に重要な核種の一つであるヨウ素に着目し、化学形態、濃度分布、同位体比などから地層内での挙動や蓄積、地形との関係を明らかにした。東京工業大学大学院の安井伸太郎氏は、「新規非鉛圧電薄膜の電圧応答特性の直接観察」の課題で、鉛含有物が多く使われているアクチュエータ材料の無鉛化材料の評価手法としてパルス電場下X線回折実験システムの構築を行い、結晶格子ダイナミクスの直接観察に成功した。

本コンファレンスのポスターセッション（Session VI）は、例年とは異なり、コンファレンスのテーマであるエネルギー問題解決に関わる成果や戦略的に進められている課題61件に絞って発表を行った。会場では、広い議論の空間のなかで、90分確保したコアタイムでも足りないほどの活発な議論が交わされた。

## 5. パネル討論

コンファレンス最後のパネルディスカッションでは、2日間におよぶ講演会での議論をさらに発展させ、プロジェクト遂行における解決すべき課題とSPring-8の研究開発において求められる役割と可能性、それを実現する利活用の仕組みの問題点等について「エネルギー環境問題とSPring-8」と題して議論の場とした（写真5）。3名のモデレーター、北海道大学の朝倉清高教授、JASRIの熊谷教孝専務理

事、NEDOの佐藤嘉晃部長が、それぞれ、「直面している課題とSPring-8への期待」、「課題設定と有効利活用のための拠点・プラットフォーム形成」、「これからの課題解決型ツールとしてのあり方」のサブタイトルで議論を展開し、講演者全員と参加者による白熱した議論が行われた。その結果、1）実験装置開発などで、独自の計測技術開発の先導的推進の加速、2）学際的利活用のシナジー効果が創成する中核的産学連携拠点としての位置づけを、人材・研究交流によるパートナーシップ構築により高めること、が強く求められた。

## 6. おわりに

社会への発信を目的として装いを新たにしたSPring-8コンファレンス2011は、単一セッションにも関わらず企業・個人からの参加者89名を含む278名の参加者によって盛況のうちに閉幕した。講演、パネル討論を通して、SPring-8の課題解決基盤としての貢献が既に目に見えるものとなっている一方で、今後のさらなる貢献への期待や要求も明らかになった。パネル討論での総括にもあるように、今後は、他国の追従を許さない日本の独自技術による計測基盤、産業活性化への貢献を、施設単独ではなく協奏的プラットフォームとして社会貢献を進めていくことが重要であるとのコンセンサスが得られたことは、本コンファレンスの大きな収穫である。今後も、社会との対話に基づく課題解決基盤として、さらに発展していくために、コンファレンスも深化させていくことを期待する。

最後に、大きな変革をしたSPring-8コンファレンスは、施設内外の多くの方々の有形無形のご支援によって成功裏に終わりましたことをご報告し、講演者、参加者、関係者の皆様方に感謝の意を表します。



写真5 白熱した議論が行われたパネル討論

## SPring-8 コンファレンス 2011 プログラム

11月1日(火)

## Session I : オープニングセッション

司会：山川 晃

(財) 高輝度光科学研究センター 常務理事

10:00-10:05 開会の挨拶

田中 正朗

(独) 理化学研究所 理事

10:05-10:10 挨拶

白川 哲久

(財) 高輝度光科学研究センター 理事長

10:10-10:20 ご来賓挨拶

戸渡 速志

文部科学省 大臣官房審議官

10:20-10:30 休憩

## Session II : エネルギー科学の展望 - 基調講演 -

座長：雨宮 慶幸

東京大学大学院新領域創成科学研究科 教授

SPring-8利用者懇談会 会長

10:30-11:15 我が国を支えるエネルギー科学とイノベーション

佐藤 嘉晃

(独) 新エネルギー・産業技術総合開発機構省  
エネルギー部 部長

11:15-11:45 課題解決基盤としての SPring-8 と SACLA

石川 哲也

(独) 理化学研究所播磨研究所 所長  
放射光科学総合研究センター センター長

11:45-12:45 昼休憩

Session III : エネルギー問題に取り組む材料科学 I  
- 招待講演 -

座長：水木 純一郎

関西学院大学理工学部 教授

日本放射光学会 会長

12:45-13:15 透明酸化物の科学と SPring-8

細野 秀雄

東京工業大学フロンティア研究機構・応用セラミックス研究所 教授

## Session IV : 燃料電池とイノベーション - 基調講演 -

座長：尾嶋 正治

東京大学放射光連携研究機構 機構長・教授

13:15-14:00 燃料電池・水素技術開発がもたらすイノベーション

宮田 清蔵

東京工業大学国際高分子基礎研究センター  
特任教授

14:00-14:45 燃料電池開発とグリーンサステイナブルケミストリーを牽引する触媒化学のフロンティア

岩澤 康裕

電気通信大学燃料電池イノベーション研究センター センター長

同大学大学院情報理工学研究科 特任教授

日本化学会 会長

14:45-15:00 休憩

## Session V : SPring-8 萌芽的研究アワード受賞講演

座長：高田 昌樹

(独) 理化学研究所放射光科学総合研究センター 副センター長

(財) 高輝度光科学研究センター利用研究促進部門 部門長

15:00-15:10 授賞式  
概要説明

高田 昌樹

(独) 理化学研究所放射光科学総合研究センター 副センター長

(財) 高輝度光科学研究センター利用研究促進部門 部門長

SPring-8 萌芽的研究アワード審査委員会による講評

鈴木 謙爾

(公財) 特殊無機材料研究所 代表理事

15:10-15:25 マイクロXRF-XAFS法による化学形態決定に基づく地層深部でのヨウ素の移行挙動解析

嶋本 洋子

広島大学大学院理学研究科

15:25-15:40 新規非鉛圧電薄膜の電圧応答特性の直接観察

安井 伸太郎

東京工業大学大学院総合理工学研究科

Session VI : ポスターセッション

15:40-17:10 ポスター発表コアタイム

17:15-18:45 技術交流会

11月2日(水)

Session VII : 蓄電池のフロンティア - 基調講演 -

座長: 寺岡 靖剛

九州大学総合理工学研究院 教授

同大学シンクロトン光利用研究センター  
センター長

9:20-10:05 - EV開発のフロンティア - 電気自動車  
が切り拓く「自動車の次の100年」

原口 和典

三菱自動車工業(株) 開発本部EV・パワート  
レイン要素研究部 担当部長

10:05-10:50 次世代エネルギーシステムを支える革  
新蓄電池技術

小久見 善八

京都大学産官学連携本部 特任教授  
NEDO「革新型蓄電池先端科学基礎研究事業」  
プロジェクトリーダー

10:50-11:00 休憩

Session VIII : エネルギー問題に取り組む材料科学II

- 招待講演 -

座長: 西原 寛

東京大学大学院理学系研究科 教授

11:00-11:30 新機能のデザインとSPring-8

相田 卓三

東京大学大学院工学系研究科 教授  
(独) 理化学研究所

11:30-12:00 機能空間の化学とSPring-8

北川 進

京都大学大学院工学研究科 教授  
同大学物質-細胞統合システム拠点副拠点長  
(独) 理化学研究所

12:00-13:15 昼休憩

Session IX : 太陽光発電の未来 - 基調講演 -

座長: 松井 純爾

兵庫県放射光ナノテク研究所 所長

13:15-14:00 太陽光発電を核としたエネルギーソ  
リューションの展望

村松 哲郎

シャープ(株) 執行役員 環境安全本部長

14:00-14:45 太陽電池材料開発の現状と展望

大下 祥雄

豊田工業大学大学院工学研究科 准教授

14:45-15:00 休憩

Session X : パネル討論

15:00-16:30

テーマ: エネルギー環境問題とSPring-8

モデレーター:

朝倉 清高

北海道大学触媒科学研究センター 教授

熊谷 教孝

(財) 高輝度光科学研究センター 専務理事

佐藤 嘉晃

(独) 新エネルギー・産業技術総合開発機構省  
エネルギー部 部長

パネラー:

大下 祥雄

豊田工業大学大学院工学研究科 准教授

高尾 正敏

大阪大学大学院基礎工学研究科 教授

(独) 科学技術振興機構

寺岡 靖剛

九州大学総合理工学研究院 教授

同大学シンクロトン光利用研究センター  
センター長

原口 和典

三菱自動車工業(株) 開発本部EV・パワート  
レイン要素研究部 担当部長

松原 英一郎

京都大学大学院工学研究科 教授

村松 哲郎

シャープ(株) 執行役員 環境安全本部長

Session XI : クロージングセッション

16:30-16:35 閉会の挨拶

熊谷 教孝

(財) 高輝度光科学研究センター 専務理事

藤原 明比古 FUJIWARA Akihiko

(財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門

〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1

TEL: 0791-58-2750

e-mail: fujiwara@spring8.or.jp

## ICALEPCS2011 報告

財団法人高輝度光科学研究センター  
制御・情報部門 山下 明広

ICALEPCS (The International Conference on Accelerator and Large Experimental Physics Control Systems) とは、加速器と大規模物理実験制御システムの国際会議で、今回加速器からは高エネルギー物理、原子核物理実験用、放射光、中性子源、医用加速器など、大規模物理実験として核融合施設（磁気閉じ込め、レーザー）、高エネルギー物理の大型検出器、電波、光学望遠鏡などのグループから参加がありました。

今回は ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) の主催で、10月10日から14日まで5日間にわたりフランスはグルノーブル市、世界貿易センターのコンベンションセンター（写真1）を会場に行われました。

本報告ですが、編集担当の方からは、専門外の読者にもわかりやすくというご注文をいただきましたが、対象として実験などでIT（情報技術）に触れる機会が多く、かつ世界の他の研究所でのITの利用について興味のある方を念頭に書くことにいたします。従って、ITの用語が説明無しに出てきますがご容赦願います。



写真1 グルノーブル世界貿易センター会場

会議全体の印象ですが、既に世界では大型の研究施設が續々と計画、建設、供用に入っているという現実を痛感させられました。20年ほど前までは大型の科学研究施設といえば米国、西欧、日本の独占に近いものでしたが、今回の会議でも日本をのぞく東アジア、オセアニア、ブラジル、中東、スペインなどの新顔も目立つようになりました。また国際共同施設への取り組みも盛んに行われている模様です。

これらの施設には例外なく大規模かつ精密な制御技術が欠かせません。世界の大型施設の制御技術のトレンドを発信していく上で、この会議は今まで大きな役割を果たしてきました。またこれからもそうなると思われまます。

ICALEPCSは隔年の奇数年開催で、ヨーロッパ、アメリカとアジア・オセアニアの3地域持ち回りで開催されます。前回は2009年にJASRI／理研が神戸で主催しました。その節はJASRI／理研の方々にも随分お世話になりました。

## カンファレンス前の活動

ITに関係深いカンファレンスらしくカンファレンス前からfacebook (<https://www.facebook.com/pages/icalepcs2011/>) による広報活動が行われていたことが今風な感じでした。今見返すと2009年の10月に開設され、一般的なお知らせの他、プログラムをどちらのスマートフォン (iPhone/Android) のアプリで提供すべきかなどのアンケートも行っていたようです。残念ながら調査の結果、少数のため、アプリ化は見送ったようです。facebookなどのソーシャルメディアによる広報やスマートフォンアプリはこれからの会議の必需品となるのでしょうか。今風といえば、これまでの会議では当たり前だったボールペンとレポート用紙の配布がありませんでした。メモはノートPCで取るのが常識ということでしょう。



会議の統計など

加速器関係の国際会議としては大規模なもので、参加者は500人を越えました。統計情報として主催者が発表したところによると27カ国から126団体の参加があり、発表は計445、そのうち口頭発表は112、ミニ口頭発表つきのポスターは32、ポスター発表は301あったそうです。日本から出席があったのはSPRing-8 (JASRI)、KEK、JAEA、理研 (仁科センター)、京都大学原子炉実験所KURRIでした。

地元 (列車で2時間) ということもあり会議ではCERNの存在が圧倒的で、口頭発表の17%、ポスターでは21%を占めていました。CERN LHCの検出器の論文共著者になるにはシフトに参加することとハードウェアまわりの仕事をするのが必須であるとのこと。ATLAS検出器だけで約3,500人もの共著者がいるので必然的に制御の仕事任せられる人も増え、発表の機会を求めてICALPECSに押し寄せたという見方もできます。

ミニ口頭発表つきのポスター発表はICALPECSでは今回からの新しい試みで5分、スライド3枚の制限でポスターの内容を紹介しました。今回はJASRIの古川、籠が発表の機会を得ました。

従来の会議では特にテーマを決めるということはありませんでしたが、今回はサイエンスをテーマに行われました。そのため基調講演が多数行われたことが今回の会議の特徴といえます。内容はCERN LHCの実験の状況やESRFでの古生物学研究のような純アカデミックなものから、ドメイン固有言語やプログラム言語のハイブリッド利用講演など、純ITのものなど多彩に行われました。基調講演の増加のためか、前回行われなかったパラレルセッションが一部で復活していました。

会議前のワークショップ

会議に先立ち、9日の日曜日に6つの会議前のワークショップが開かれました。そのうち2つを紹介します。

Open hardware

Open hardwareはCERNが中心となって提唱されている構想です。名前からお分かりいただける通り、ソフトウェアで大きな成功を収めているオープンソースを今度はボードなどのエレクトロニクスのハードウェア分野に応用しようという試みです。回路図のみならずFPGAのipコア (intellectual property

core)、ハードウェアを製作するためのプリント基板データなどもオープンにしようとするものです。これにはJASRIから増田、古川が参加しました。

オープンソースと同様にライセンス関係の法律は厄介な問題ですが、この運動の中心となっているCERNからは法務担当者が出席しライセンスの話がありました。また実際にこれをもとにハードウェアを製作している会社の担当者も3社ほど話をするなどCERNはこの運動を先導することに力を入れている印象が感じられます。現在約50のプロジェクトが進行中です。内約30がボード、20がFPGAのipコアです。<http://www.ohwr.org>を参照してください。

Cyber security

コンピューターセキュリティのためのワークショップです。実験施設ならではのコンピューターセキュリティを話し合うこのワークショップも、既に3回目を迎えました。最初の回から、一般的なコンピューターに対するセキュリティだけではなく、組み込み機器のセキュリティへの注意を喚起してきたワークショップです。2010年この警告が不幸にもの中してしまいました。ご存じの方も多いと思われませんが、イランの核施設のPLC (Programmable Logical Controller) を標的としたStuxnetというワームが発見されたという事件です。Stuxnetの標的となったSCADAというシステムは加速器施設でも使用されているところがあり、他人事ではありません。

その他にはインターネットからウイルスを仕掛けられて、約2週間外部とのアクセスを断って対策に追われたアメリカの研究所、外部公開用web severの脆弱性を衝かれて侵入されたヨーロッパの研究所などの生々しい事例と対処が報告されました。



写真2 山鹿の発表



JASRIからは杉本が出席してアプリケーションファイアウォールのビームラインネットへの導入を紹介しました。コンピュータセキュリティは日々新たな脅威が出現し、それに対応しなければならない終りのない戦いであることを改めて痛感させられました。安全にコンピュータとネットワークを運用するためにはこのようなワークショップでの情報交換は欠かすことができません。

## 会議

会議でのセッションを列挙しますと

Status reports  
 Project management  
 Process tuning and feedback systems  
 Software technology  
 Control system upgrade  
 Infrastructure management  
 Hardware  
 Integration of industrial devices  
 Operation tools  
 Data management  
 Embedded + real time  
 Security and safety systems  
 Distributed computing  
 Towards the future  
 です。

## Status reports

各施設の現状を報告する Status report セクションです。完成、建設中の施設が主ですが、報告があったのは

ITER (トカマク核融合) CERN ATLAS (検出器) CERN LHCb (検出器) MedAustron (ウイーンに建設される医用加速器、CERNの協力で建設される) RHIC (Relativistic Heavy Ion Collider、ブルクヘブレン研究所) SuperKEKB、SACLA、FERMI@ Elettra (Elettraの10 nm FEL) SwissFEL (PSIのFEL) European XFEL Laser MegaJoule (ヨーロッパのレーザー核融合施設)、National Ignition Facility (米国のレーザー核融合施設) です。

このリストで世界の巨大科学施設の傾向がお分かりいただけるとと思います。ITERは国際協力で巨大施設を基盤のないところから建設するという他に例のない計画だけに苦労も大きいようです。CODACとい

う共通プラットフォームを基盤に進行しています。

国際協力の難しさは政治、文化の他、持ち寄った部品の統一など様々なものがあるようです。このことは次の Project management セッションでも取り上げられていました。その意味ではLHCの巨大検出器の建設と成功は大いに参考になりマネージメントの研究対象としても面白いのではないかと思います。

## Process tuning and feedback systems

計画中の30 m径の光学望遠鏡を波面制御するシステムは興味深いものがありました。8000のアクチュエーターを800 Hzで制御します。遅れは1 mS以下の必要があり、困難ですが、現在の技術で可能とのこと。複数のFPGAの他、計算にはGPU (Graphics Processing Unit) を使うそうです。GPUの計算速度は目を見張るものがありますが、i/o速度が問題となるとのこと。これをいかに克服できるのでしょうか。

## Hardware

Feedbackやハードウェア関係はFPGAが全盛です。少し前にはDSPが盛んに使われていましたが、今ではほとんどのシステムがFPGAを採用して開発されています。FPGAソフトウェアの開発はなかなか厄介な問題だと思いますが、前述のOpen hardwareなどのオープンなipコアも回答の1つだと思います。ハードウェア寄りの通信もEthernetの利用が盛んになってきました。FPGAから直接GigabitEthernetを使用してデータ転送するシステムは複数例あります。従来のEthernet規格では困難だった精密なタイミングシステム (サブns) を行うWhite Rabbitは複数の研究所で使用されつつあります。リアルタイム制御をEthernet上で行う方法はSACLAでも採用されたFL-Netの他に独自開発 (Network Refractive memory; Erettra) の実装を行った例やEther-CATなどの規格が盛んに提案されています。とはいえILC (国際リニアコライダー) には20 km以上の距離でfsの精度のタイミングが必要ということで、現在専用のシステムを開発中です。XTCA (Micro-TCA、ATCA) も徐々に実用制御システムに採用されてきています。カード類も徐々に整備されつつあるようです。

## Infrastructure management

仮想化について多くの発表がありました。NIFで

は1,000台以上あるサーバーのうち、すでに65%を仮想化し、さらに100%を目指しています。最終的には全所のサーバーを1つのクラウドに統一するという意欲的な計画を発表しています。仮想化はXenで行っています。

## Data management

放射光施設ユーザーのためのPBクラスの大規模データストレージの話の他に興味深かったのは、いわばロギングのロギングというものです。加速器などの制御対象の機器の状態データを蓄積するロギングは現在どこの施設でも必須ですが、そのロギングの規模が大きくなりすぎて人力で管理できなくなってきました。ロギングにかかる時間など、要した資源の統計を再度ロギングして、性能の向上につなげようということです。また10,000台レベルのsyslog（システムのログメッセージをネットワークで転送しサーバーに蓄積する規格）運用のように、制御用コンピューターを対象としたモニタリングも重要になってきています。これは大規模クラウド運用にも通じることであるので、それらの動向とあわせて注視していきたいものです。

## Distributed computing

少し前までの、分散コンピューティングのための基盤はCORBAが主流でした。それを使った制御システム（TANGO等）もあります。しかしCORBAは今や時代遅れとなってしまったというのが共通の認識のようです。複雑さ、メモリー使用量の多さ、コミュニティの崩壊など今後使用を続けていくのは難しいと思われまます。CORBAに代るミドルウェアの基盤を探してCERNは新しいミドルウェアを数多く比較しました。パフォーマンス、機能、コミュニティなど6項目の調査の結果選択されたのが最もシンプルで高速なメッセージングフレームワークの0mq (<http://zeromq.org>) でした。これは次期TANGOやMADOCAの選択と偶然にも一致しています。CERNは2012年のLHCの長期シャットダウンの機会に入れ替えを目論んでいるようです。次回の会議にこれを使った発表がどのくらいあるのか楽しみです。

## Towards the future

このセクションでは現在計画中の施設についての報告が行われました。GSIのFAIR（Facility for Antiproton and Ion Research）、CSNS（China

Spallation Neutron Source）、ESS（European Spallation Neutron Source）、LCLS II SLAC（線型加速器の上流部分を使ってもう1つXFELを建設する）とASKAP（Australian Square Kilometre Array Pathfinder）です。

ステータスレポートではレーザーが目立ったのに対して、このセクションでは中性子源や原子核が主役でした。

全体を通しての感想ですが、目立ったキーワードをあげると言語ではJava、Python。GUIのライブラリーはQt、データフォーマットにHDF5、仮想化、FPGAなどでしょうか。Javaの後継言語としてScalaの名前は良く聞きましたがそれを使った制御システムはまだありません。

今日のITの最新技術の多くは、クラウドやスマートフォンに代表されるインターネット技術が発生源です。それを支えるNoSQL（Not only SQL）、big data処理、10 Gb Ethernetなどの高速ネットワーク、端末側でのHTML5などの新技術が続々と登場しています。それらは制御でもかなり利用できる技術と思われる。今回の会議ではそれらの利用の萌芽は見られたものの、まだまだ開拓できる分野だと思われまます。

会議の最後に次回（2013年）と次々回（2015年）の会場が発表されました。次回は、ローレンス・リバモア国立研究所 国立点火施設（National Ignition Facility; NIF）がホストとなりサンフランシスコで、次々回はオーストラリアシンクロトロン（Australian Synchrotron）がメルボルンでの開催を予定しています。前者の、ローレンス・リバモア国立研究所は加速器施設以外では初めてのホストになります。

最後に、この会議の議長のAndy Gotzを始めとするLOCの皆さんが有意義な会議の運営をされたことに感謝を捧げまます。

文中敬称略

山下 明広 YAMASHITA Akihiro

（財）高輝度光科学研究センター 制御・情報部門

〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1

TEL : 0791-58-0945

e-mail : aki@spring8.or.jp

## 第27回共同利用期間(2011A)において実施された利用研究課題

登録施設利用促進機関  
財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

第27回共同利用期間(2011A)における共同利用は、平成23年4月から7月にかけて実施されました。この期間の放射光利用は、ビームライン1本あたり269シフト[1シフト=8時間]、共用ビームラインでのユーザー利用は215シフトでした。運転計画は当初共用ビームラインでのユーザー利用が201シフトでしたが、平成23年3月11日に発生した東日本大震災により被災した量子ビーム施設の支援のため、「量子ビーム施設震災優先枠」として、平成23年度上期のSPring-8の運転計画の見直しと、緊急用留保時間の見直しを行い、共用ビームラインについて、1本あたり約250時間の放射光利用時間を確保しました。具体的には、元々の運転計画にあった放射光利用時間2016時間(252シフト)の内、緊急課題などに当てるために2割程度を確保していた留保時間の見直しにより、114時間を確保しました。また、本来は加速器の安定した運転のために必要なものとして措置していた調整時間を見直

したことにより、136時間を確保しました。ビームタイムの一部を共用に供している理研ビームライン5本(後述)においては1本あたり136時間の放射光利用時間を確保しました。

2011Aでは26本の共用ビームライン(共用施設)と、理研ビームラインのうちBL17SU、BL26B1/B2、BL32XUおよびBL45XUのビームタイムの一部が共用に供されました。産業利用に特化した3本の共用ビームラインBL14B2、BL19B2およびBL46XUは2011A第1期(平成23年4月-6月前

表2 専用施設の2011A実施課題数とシフト数

課題種	実施課題数	実施シフト数
一般課題(成果非専有)	271	3221.75
ナノネット支援課題	13	111
成果専有課題	25	60.5
合計	309	3393.25

表1 共用施設(注1)の2011A課題種別の課題数と実施シフト数

課題種	応募課題数	採択課題数	課題採択率	採択課題の実施数	非応募課題(注2)の実施数	実施課題数合計	実施シフト数合計
一般課題(成果非専有)	559	376	67.3	373	6	379	3125
一般課題(専有)	38	38	100.0	36		36	119.25
萌芽的研究課題	36	13	36.1	13	1	14	84
時期指定課題	4	4	100.0	4		4	5
測定代行課題(注3)	31	31	100.0	31		31	18.5
被災量子ビーム施設ユーザー支援課題	115	105	91.3	91		91	335
重点ナノテクノロジー支援課題	59	37	62.7	37		37	345
重点産業利用課題(注4)	135	82	60.7	82	4	86	529
成果公開優先利用課題	42	42	100.0	41		41	337
長期利用課題	5	3	60.0	3	9	12	264
重点パワーユーザー課題					7	7	357
12条戦略課題					2	2	30
合計	1024	731	71.4	711	29	740	5548.75

(注1) 理研ビームラインからの供出ビームタイムの利用を含む

(注2) 既に採択等された課題で、応募不要のもの。長期利用課題は第2期以降の課題

(注3) BL14B2、BL19B2およびBL38B1で実施

(注4) 12条一般課題を含む

表3 2011A期に共用施設<sup>注1)</sup>で実施された利用研究課題の所属機関分類および研究分野分類

機関分類	課題分類	課題数/ シフト数	研究分野							計	
			生命科学	医学応用	物質科学・ 材料科学	化学	地球・ 惑星科学	環境科学	産業利用		その他 <sup>注2)</sup>
大学 等 教育 機関	一般課題 (成果非専有)	課題数 71 シフト数 385.5	4	100	45	21	6	8	3	258	
	萌芽的研究課題	課題数 2 シフト数 9	30	825	342	225	40	72	30	1949.5	
		測定代行課題	課題数 シフト数		2	6	3				13
	被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 42 シフト数 114.5		9	42	18				78	
		重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 シフト数					1			1
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 12		22	9	4			0.5	0.5	
		成果公開優先利用枠課題	課題数 シフト数		114	33	21				77
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 12		4	22	4		1			31
		重点産業利用課題	課題数 シフト数	42	198	18		36			294
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 12		8	1			1	23	1	35
		重点産業利用課題	課題数 シフト数		53	3		3	143	2	216
	重点産業利用課題	課題数 シフト数		7	16	1		4			28
		重点産業利用課題	課題数 シフト数		58	155	3	33			249
	重点産業利用課題	課題数 2 シフト数 33		2	45	36		18			6
重点産業利用課題		課題数 シフト数		4	2				1	7	
計	課題数 118 シフト数 554	8	167	81	32	8	37	5	456		
	課題数 13 シフト数 88.5	3	33	4	5		4	4	66		
国 立 研 究 機 関 等	一般課題 (成果非専有)	課題数 13 シフト数 88.5	24	355	39	39		36	45	626.5	
	時期指定課題	課題数 シフト数		1						1	
		測定代行課題	課題数 シフト数		2						2
	被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 6 シフト数 17		1	1	1			2	2	
		重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 シフト数		4	3	9				9
	重点産業利用課題 <sup>注3)</sup>	課題数 シフト数		33			1				5
		重点産業利用課題	課題数 シフト数		2			5	1		8
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 15		15	2			25	6	46	
		重点産業利用課題	課題数 シフト数		5	2		5			13
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 18		45	9			19			88
		重点産業利用課題	課題数 シフト数		1						1
	12条戦略課題	課題数 1 シフト数 18		1	12						2
		12条戦略課題	課題数 シフト数		18						30
	計	課題数 22 シフト数 156.5	3	47	7	6	1	16	5	107	
課題数 13 シフト数 88.5		24	468	51	48	9	80.5	51	888		
産 業 界	一般課題 (成果非専有)	課題数 シフト数		2				13		15	
	一般課題 (専有)	課題数 シフト数		15				111		126	
		一般課題 (専有)	課題数 シフト数		3			33		36	
	時期指定課題	課題数 シフト数		11.875				107.375		119.25	
		測定代行課題	課題数 シフト数					3		3	
	被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 シフト数						3		3	
		被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 シフト数					28		28	
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 3						17.5		17.5	
		重点産業利用課題	課題数 シフト数					1		1	
	重点産業利用課題	課題数 1 シフト数 3			2			1		1	
重点産業利用課題		課題数 シフト数		15			40		43		
重点産業利用課題	課題数 シフト数			1			249		267		
	重点産業利用課題	課題数 シフト数			1				1		
計	課題数 1 シフト数 3		8				118		127		
	課題数 3 シフト数 109.5		77.875				488.875		569.75		
海 外 機 関	一般課題 (成果非専有)	課題数 8 シフト数 75	6	20	2	2	1	1	40		
	萌芽的研究課題	課題数 シフト数		1						1	
		被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 2 シフト数 4.5		6					6	
	被災量子ビーム施設 ユーザー支援課題	課題数 シフト数		1	1	1				4	
		重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 シフト数		9	3				16.5	
	重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 シフト数		1						1	
		重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 シフト数		9					9	
	重点ナノテクノロジー 支援課題	課題数 1 シフト数 30	1	1	1		1			4	
重点ナノテクノロジー 支援課題		課題数 シフト数		18	24	6			78		
計	課題数 11 シフト数 109.5	7	24	3	3		1	1	50		
	課題数 8 シフト数 823	18	285	27	24	9	172	11	740		
課題数合計		152	18	246	91	41	9	172	11	740	
シフト数合計		823	165	2336.875	671	477	88	844.875	143	5548.75	

注1) 理研ビームラインからの供出ビームタイムの利用を含む  
注2) 考古学、鑑識科学、ビームライン技術、素粒子・原子核科学

注3) 12条一般課題となる課題を含む

半) および第2期(平成23年6月後半-7月)と、利用期を2期に分けて課題募集選定を行っており、本誌Vol.16, No.2(2011) p.87には2011A第1期までの採択結果を掲載しましたが、本稿での2011Aの実施については2011A第2期を含めた全件の値を示します。

専用ビームライン(専用施設)は17本が稼働中で、利用研究が実施されています。なお、日本原子力研究開発機構のビームラインBL11XU、BL14B1、BL22XUおよびBL23SUと物質・材料研究機構のビームラインBL15XUではナノネット支援課題も実施されました。

表1に、共用施設の2011A課題種別の課題数と実施シフト数を示します。被災量子ビーム施設ユーザー支援課題は91課題が実施されました。本誌Vol.16, No.3(2011) p.225を参照してください。表2

に専用施設の2011A実施課題数とシフト数を示します。表3に、共用施設で実施された2011A利用研究課題の課題数とシフト数について所属機関分類および研究分野分類を示します。表4に、1997Bから2011Aまでの課題種別実施課題数の推移を示します。

2011Aの延べ利用者数は、共用施設4,640人、専用施設2,773人でした。表5に共用施設および専用施設利用実績の推移を示します。表5の値を利用シフト数合計と共に示したものが図1です。利用シフト数合計は、表5の「利用時間」に利用したビームラインの数(但し、理研ビームラインおよび以前のR&Dビームラインはそれぞれ0.2および0.3本と換算)を掛けた数値となっています。図2には、共用施設の利用研究課題の応募・採択数の推移実績を採択率と共に示します。応募・採択課題数は、2006B

表4 1997B-2011A課題種別実施課題数の推移

課題種	1997B	1998A	1999A	1999B	2000A	2000B	2001A	2001B	2002A	2002B	2003A	2003B	2004A	2004B	2005A	2005B	2006A	2006B	2007A	2007B	2008A	2008B	2009A	2009B	2010A	2010B	2011A	合計
一般課題(成果非専有)	94	234	267	235	348	370	462	470	520	390	463	396	410	386	373	322	439	298	547	452	441	373	398	382	393	408	379	10250
緊急課題			7	2	12	1	2	0	0	1	1	1	0	2	0	1	3	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	35
一般課題(成果専有)				5	2	6	1	3	5	9	5	11	4	15	19	22	18	26	31	46	32	50	30	44	33	53	36	506
時期指定課題(除く測定代行)					2	2	4	8	12	5	9	4	6	8	10	10	6	5	11	14	10	14	8	8	4	9	4	173
測定代行(時期指定課題として)																				8	9	20	5	25	31	38	31	167
被災量子ビーム施設ユーザー支援課題																											91	91
萌芽的研究課題(成果非専有)															18	15	18	12	25	30	26	13	18	24	22	17	14	252
成果公開優先利用課題																		4	8	9	32	16	21	43	30	51	41	255
長期利用課題						4	5	7	8	9	10	8	8	7	6	8	10	10	10	11	12	8	9	11	10	11	12	194
重点タンパク500課題(タンパク3000)										69	72	51	57	54	51	50	48	37										489
重点ナノテクノロジー支援課題										57	60	51	50	54	51	46	61	52	49	50	49	50	41	44	46	48	37	896
重点産業トライアルユース課題											14	23	29	21	21	4												112
SPring-8戦略活用プログラム課題																134	103	87	8									332
重点産業利用課題																			70	99	126	95	111	117	107	100	86	911
重点メディカルバイオトライアルユース課題																	7	9	11	9	6	6	5	4				57
重点拡張メディカルバイオ課題																					13	15	13	10				51
重点パワーユーザー課題												4	5	5	5	5	5	5	5	5	5	6	7	6	6	7	7	90
重点戦略課題(12条戦略課題)														3	6	3	6	5	6	6	6	4	4	4	2	2	2	59
合計	94	234	274	242	364	383	474	488	545	540	634	549	569	555	560	620	724	550	781	739	769	672	669	722	685	744	740	14920

備考 長期利用課題はBLごとに1課題としてカウントした。2008Bパワーユーザーは6人。  
 12条産業利用課題は産業利用課題へ(2010.6変更)  
 一般課題と緊急課題を分離、成果専有課題を、一般課題、時期指定課題および測定代行課題に分離(2010.6変更)  
 測定代行: BL14B2での試行は2007Bと2008A、本格開始が2008B。BL26B2は2009Aに1件実施 BL19B2およびBL38B1は2009B開始



以前は一般課題締め切り時、2007A以降は期の途中で申請される生命科学分科会留保課題、緊急課題、と産業利用ビームラインの第2期申請分を含めた、期の終わりの値を示します。利用シフト合計は共用ビームラインでユーザーに供給したシフト数総計です。

実施課題の課題名をホームページの以下のURLで公開しています。成果専有課題は「公表用課題名」が表示されています。

<http://www.spring8.or.jp/ja/users/proposals/list/>

また、重点産業利用の「利用報告書等公開延期許可」課題を除く成果非専有課題の利用報告書(SPring-8 User Experiment Report)は以下の

URLで閲覧できます。

[http://www.spring8.or.jp/ja/news\\_publications/publications/user\\_exp\\_report/](http://www.spring8.or.jp/ja/news_publications/publications/user_exp_report/)

(SPring-8 ホームページ>ニュース・刊行物>刊行物>SPring-8 User Experiment Report)

2005A以前の報告書はPDFで、2005B以降の分は課題番号、ビームライン、研究分野、著者などで検索して閲覧することができます。

(<https://user.spring8.or.jp/uisearch/expreport/ja>)

表5 共用施設および専用施設利用実績の推移

利用期間			利用時間	共用施設		専用施設	
				実施課題数	延べ利用者数	実施課題数	延べ利用者数
第1回	1997B	H 9.10 - H10. 3	1,286	94	681	—	—
第2回	1998A	H10. 4 - H10.10	1,702	234	1,252	7	—
第3回	1999A	H10.11 - H11. 6	2,585	274	1,542	33	467
第4回	1999B	H11. 9 - H11.12	1,371	242	1,631	65	427
第5回	2000A	H12. 1 - H12. 6	2,051	365	2,486	100	794
第6回	2000B	H12.10 - H13. 1	1,522	383	2,370	88	620
第7回	2001A	H13. 2 - H13. 6	2,313	474	2,915	102	766
第8回	2001B	H13. 9 - H14. 2	1,867	488	3,277	114	977
第9回	2002A	H14. 2 - H14. 7	2,093	545	3,246	110	1,043
第10回	2002B	H14. 9 - H15. 2	1,867	540	3,508	142	1,046
第11回	2003A	H15. 2 - H15. 7	2,246	634	3,777	164	1,347
第12回	2003B	H15. 9 - H16. 2	1,844	549	3,428	154	1,264
第13回	2004A	H16. 2 - H16. 7	2,095	569	3,756	161	1,269
第14回	2004B	H16. 9 - H16.12	1,971	555	3,546	146	1,154
第15回	2005A	H17. 4 - H17. 8	1,880	560	3,741	146	1,185
第16回	2005B	H17. 9 - H17.12	1,818	620	4,032	187	1,379
第17回	2006A	H18. 3 - H18. 7	2,202	724	4,809	226	1,831
第18回	2006B	H18. 9 - H18.12	1,587	550	3,513	199	1,487
第19回	2007A	H19. 3 - H19. 7	2,448	781	4,999	260	2,282
第20回	2007B	H19. 9 - H20. 2	2,140	739	4,814	226	1,938
第21回	2008A	H20. 4 - H20. 7	2,231	769	4,840	232	1,891
第22回	2008B	H20. 9 - H21. 3	1,879	672	4,325	217	1,630
第23回	2009A	H21. 4 - H21. 7	1,927	669	4,240	238	1,761
第24回	2009B	H21.10 - H22. 2	2,087	722	4,793	275	2,144
第25回	2010A	H22. 4 - H22. 7	1,977	685	4,329	293	2,483
第26回	2010B	H22.10 - H23. 2	2,094	744	4,872	325	2,812
第27回	2011A	H23. 4 - H23. 7	2,131	740	4,640	309	2,773
合計			53,214	14,921	95,362	4,519	36,770

注：長期利用課題をビームラインごとに1課題とカウント(2008.7)

共用施設には理研ビームライン等からの供出ビームタイムの利用者を含む

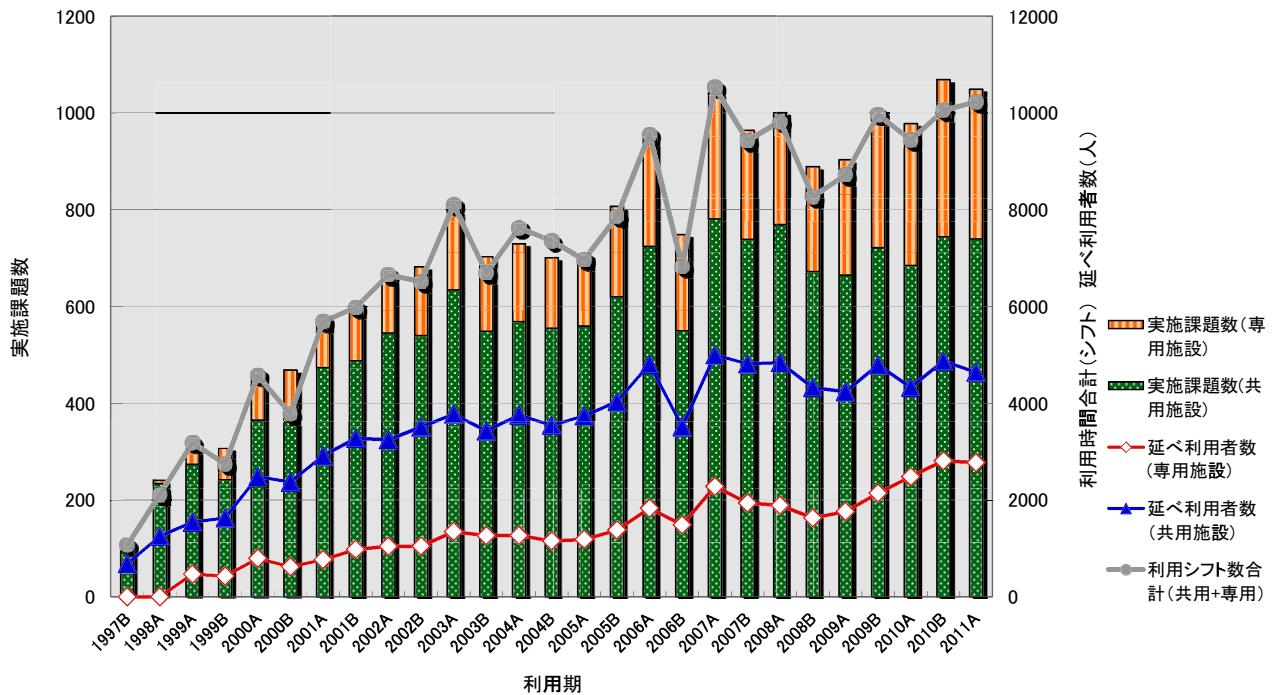


図1 共用施設および専用施設の利用実績の推移

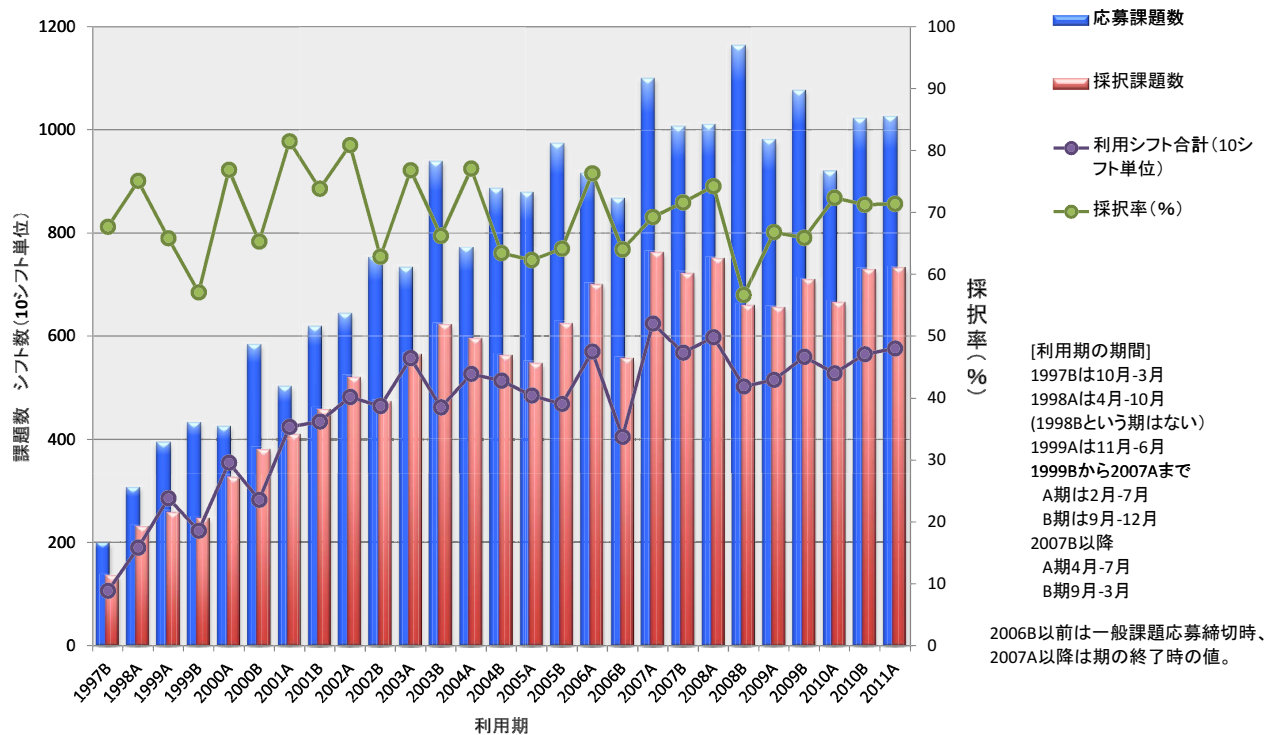


図2 共用施設の応募・採択課題数の推移実績

## 平成21年度指定パワーユーザー中間評価報告

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

パワーユーザー制度は平成15年度より導入され、公募・審査を経て指定（指定期間は最大5年間）されています。パワーユーザー中間評価は、パワーユーザー審査委員会において、開始から3年目となったパワーユーザーを対象とし、あらかじめ提出されたパワーユーザー中間報告書に基づいたパワーユーザーによる発表とヒアリングにより、提案時の目的達成度と得られた成果および4年目以降の計画の妥当性を評価し、4年目以降を実施するかどうか判断されます。今回は、平成21年度指定のパワーユーザー6名について、中間評価（平成23年11月15日開催）を行いました。

以下にパワーユーザー審査委員会がとりまとめた評価結果等を示します。

### 1. 澤 博（名古屋大学）

#### (1) 実施内容

研究テーマ：単結晶高分解能電子密度分布解析による精密構造物性研究

装置整備：大型湾曲IPカメラの整備

利用研究支援：当該装置を用いた共同利用研究の支援

#### (2) ビームライン：BL02B1

#### (3) 評価結果：4年目以降を実施する

#### (4) 評価コメント

本課題は、単結晶の高精度・精密構造解析手法を開発・確立し、物性や機能の起源解明につなげていくことを目標としている。粉末結晶ではなく単結晶を対象にしている点に特徴がある。このために光源や光学素子の安定性の問題点を洗い出し、JASRI職員と共同で精密構造解析が可能となるまで改良したことは、表には現れにくいですが、パワーユーザーシステムの意義を理解した活動として評価できる。また、検出器の問題点を見出し、その改良によってより高精度な単結晶構造解析が可能であることも示している。この3年間に実際に行われた構造

解析は、凝縮系物理で注目を浴びている物質に関するものであり、いくつかの結果はすでに報告されている。これらの中には本グループだからこそ構造が解析された物質もあるが、その多くは本手法の有効性を十分にアピールするものであり、他の利用者に対してこの解析手法の威力を示すことに成功している。4年目以降も本課題を継続して実施することが適切と判断するが、今後は、新規物質の精密構造解析ならびに新規ユーザーの開拓を積極的に進めていただくことを期待、希望する。

### 2. 久保田 佳基（大阪府立大学）

#### (1) 実施内容

研究テーマ：構造物性研究の基盤としての粉末回折法の開発

装置整備：粉末結晶回折装置の整備および高度化

利用研究支援：粉末結晶回折装置を用いた共同利用研究の支援

#### (2) ビームライン：BL02B2

#### (3) 評価結果：4年目以降を実施する

#### (4) 評価コメント

本課題は、SPring-8を用いて初めて可能となる先端的な粉末構造物性研究を推進し、測定技術開発や装置の高度化を行うと共に、新奇性の高い研究成果を創出することにより、次世代のSPring-8を用いた粉末構造物性研究のグランドデザインを策定することを目標としている。また、本課題は、第1期（2003～2005）、第2期（2006～2008）のパワーユーザー活動の積み重ねと成果を踏まえて、申請された課題である。

本課題の研究成果としては、分野のトップレベルのジャーナル論文を含む多くの成果（57報）が得られている。その中で中間報告書では、巨大構造歪みをもつ強誘電体でiso-structural相転移を見つけた研究、単成分からなる分子性金属の粉末試料の構造決定、について報告されている。また、「電子状

態の違いを検知する新しい分子吸着現象に関する研究」と「ひねりの効いたガスセンサーの開発に関する研究」に関して、プレスリリースが行われている。いずれも BL02B2 において SPring-8 の性能を有効的に活用して得られた研究に関連する成果である。研究成果においては、数・質共に優れており、高く評価できる。

利用者支援に関しては、パワーユーザー課題と支援課題を合わせてユーザータイムの 50% 以上のビームタイムにおいてパワーユーザーグループが参加しており、BL の円滑な運営に貢献している。

測定技術開発や装置の高度化に関しては、利用研究の推進が中心となったため、あまり進展しておらず、計画より遅れている。

以上、本課題を総合して評価すると、4 年目以降も引き続き実施することが妥当であると判断する。

4 年目以降は、測定技術開発や装置の高度化に関して、所期の目標を達成することに配慮して進めて頂きたい。動的な構造解析を行うため、横方向ミラーの導入を含め、要素技術開発を行うことが予定されており、この点の今後の進展を期待する。そのためには、開発、支援、利用研究のバランスを最適化する必要がある、この点における申請代表者のリーダーシップを期待したい。

### 3. 瀬戸 誠 (京都大学)

#### (1) 実施内容

研究テーマ：放射光核共鳴散乱分光法の確立およびその物質科学研究への展開  
装置整備：核共鳴吸収・散乱分光器の開発ならびに整備

利用研究支援：当該分光器を用いた共同利用研究の支援、測定スペクトル解析ソフトの充実および解析サポート

#### (2) ビームライン：BL09XU

#### (3) 評価結果：4 年目以降を実施する

#### (4) 評価コメント

本課題は、実験責任者が 2011 年 3 月まで実施した JST の CREST 課題「物質科学のための放射光核共鳴散乱法の研究」との連携のもとに、(1) 放射光吸収メスバウアー分光法、(2) 核共鳴非弾性散乱測定用高分解能モノクロメータ、(3) 超高分解能準弾性散乱分光法の高度化と測定時間短縮に取り組んでいる。これまでの課題実施により放射光吸収メスバウアー分光法においては、ドップラー駆動速度範

囲  $\pm 50$  mm/s と 4 ~ 300 K の測定温度範囲を有する分光器を開発し一般のユーザーにも供するなど装置の高度化の着実な進展とともに、高エネルギー核種 (30 keV 以上) を中心に多数の核種が新たに測定可能となった。更に、放射光吸収メスバウアー分光法が時間領域測定法と比較して解析が容易なことに着目し、低エネルギー核種にも対応する改造を行うことで核共鳴非弾性散乱測定用高分解能モノクロメータの開発では、35.49 keV (Te-125) および 37.13 keV (Sb-121) でのバンド幅を 1.7 meV とするなど他の放射光施設よりも数倍高いエネルギー分解能を達成している。また、超高分解能準弾性散乱分光器の開発では、一定速度で運動する透過体 (核共鳴試料) を複数配置するマルチライン方式を開発して強度の増加による測定能率の向上と緩和時間測定精度の向上に成功している。以上は、SPring-8 の有するポテンシャルを引き出し、より高度な研究を実施できる環境を整えた点で大きな成果と認められる。

開発した測定装置を用いて“放射光吸収メスバウアー法および核共鳴非弾性散乱法による Fe 系高温超伝導体の研究”や、“超高分解能準弾性散乱分光法による分子性液体の緩和時間に関する研究”、“超高分解能準弾性散乱分光法による両親媒性液晶による相分離の研究”を実施している。これらの研究を通じて 7 編の論文が投稿され、2011 年 11 月の時点で 2 編が掲載済み、2 編が掲載受理されるなど十分な研究成果が得られている。更に、15 件のユーザー支援を実施して開発した装置・手法の利用拡大に努め、“Eu 水素化物の高圧下放射光吸収メスバウアー分光法による研究”、“放射光吸収メスバウアー分光法によるパイロクロア酸化物の特異な磁気構造の解明”では論文が投稿、掲載されている。

以上のように本課題は、これまでの実施を通じて装置・手法開発、ユーザー支援および研究成果で十分な実績が挙げられている。今後は、放射光吸収メスバウアー分光法の測定時間を大幅に短縮する分光器の開発、測定時間を 1/10 程度にまで短縮する超高分解能準弾性散乱分光器の開発、セットアップ時間短縮のための多チャンネル MCS システム構築による核共鳴散乱計測器の開発など、パワーユーザー課題として適切な開発研究が計画されているため、4 年目以降も本課題を継続して実施することが適切と判断する。課題の継続実施にあたっては開発研究の着実な実施と並行してユーザーや利用分野の拡大にも一層尽力されることを期待する。

#### 4. 廣瀬 敬 (東京工業大学)

##### (1) 実施内容

研究テーマ：超高压高温下における地球惑星深部物質の構造決定と複合同時測定による物性研究

装置整備：レーザー加熱超高压高温 (LHDAC) 回折実験に向けた装置開発

利用研究支援：当該装置を用いた共同利用研究の支援

##### (2) ビームライン：BL10XU

##### (3) 評価結果：4年目以降を実施する

##### (4) 評価コメント

本課題は、地球科学における懸案である地球深部の物質構成と物性を地表での実験で明らかにすることである。地球深部については、地震波速度と到達位置からなるトモグラフィーによってその圧力、温度、組成が推定されて来た。本課題はその推定とは独立した実験室系データで地球深部構造を解明していることに意義がある。本分野は世界的に競争も激しく、だれが一番先に地球中心の圧力・温度条件に到達するかという先陣争いの場所でもある。本パワーユーザーのチームは、ダイヤモンドアンビルセルとレーザー加熱というツールを、X線強度が大きく、試料位置でのビームサイズを試料サイズより絞れるというメリットを活かせるSPring-8に設置して、温度圧力とも地球中心と同等以上である、377万気圧、5700 Kという未踏領域に世界で初めて到達した。その条件下で、主に鉄合金よりなる固体内核の結晶構造を決定し、圧力-温度状態図を完成した。本パワーユーザーの下部マントルのポストペロフスカイト相の同定に続く、SPring-8に相応しい成果といえる。

ユーザー支援に関しては、レーザー加熱装置や圧力校正装置を広く他のユーザーに提供し、光軸合わせ等についても、チーム関係者が支援するなど、実績を積んでいる。

今後の計画については、液体と考えられている外核中の軽元素の効果を、鉄-酸素系の状態図と下部マントルとの相互作用などから推定し、より詳細な外核の構造と熱・物質輸送の仕組みの解明を図るとされている。妥当な内容であり、成果を期待したい。

本課題については、成果、ユーザー支援とも良好であり、4年目以降も継続することが相応しい。パワーユーザー課題としては、あと2年で相当の結果がでると思われるので、パワーユーザー指定期間終

了後の本分野の将来展開・構想についても、研究者コミュニティでまとめ、施設側に提案するなどの作業を期待したい。

#### 5. 國枝 秀世 (名古屋大学)

##### (1) 実施内容

研究テーマ：X線天文学新展開のための次世代X線望遠鏡システム評価技術の開発

装置整備：X線天体観測装置の評価技術の高度化  
利用研究支援：当該装置を用いた利用実験の支援

##### (2) ビームライン：BL20B2

##### (3) 評価結果：4年目以降を実施する

##### (4) 評価コメント

本課題は、日本の次期国際X線天文衛星「ASTRO-H」に搭載予定のX線望遠鏡のX線光学特性の評価を目的とするとともに、宇宙科学研究利用の拠点として、欧米のプロジェクトとも連携を図りつつ、パワーユーザーとして利用支援・促進の役割を担おうとしている。

大型ステージなどの評価システムは、本課題の前身である長期利用課題から継続して中尺ビームラインBL20B2に整備され、常設機器として効率的に利用されている。予備を含む3台のX線望遠鏡の評価は、個々のミラー素子数では6000枚にもものほり非常に手間のかかるものであるが、概ね衛星打ち上げスケジュールに合わせて進捗している。数mmに絞られた平行ビームを用いたPt/C多層膜スーパーミラーの30~50 keVの硬X線領域での反射率測定と、個々の湾曲ミラー素子の形状誤差評価が進められている。ここで得られる詳細なデータは、最終的に衛星搭載のX線望遠鏡としての応答を決定するための重要なものである。このように、SPring-8の中尺ビームラインの有する特徴を有効に活用して、ミラー素子の評価およびスクリーニングが適切に進められており、この分野での先導的な利用を推進していると評価できる。

成果については、SPring-8でのミラー評価を含めプロジェクトの関連発表が適宜なされている。プロジェクトの成功に対しSPring-8が大きく貢献し、最終的にX線天文学の新展開に結びつくことを期待する。

また、欧米の他の宇宙科学研究プロジェクトとも連携を図りつつ、X線望遠鏡評価やX線検出器の校正などにおいて利用を推進している。パワーユー



ザーの趣旨に基づいて、宇宙科学研究利用の枠にとどまらず、各種 X 線結像光学素子や二次元検出器の評価などの利用支援への拡大も期待したい。

これまでの進捗からみて 4 年日以降の実施計画は妥当と判断し、本課題の継続を認めるものとする。

## 6. 岡村 英一（神戸大学）

### (1) 実施内容

研究テーマ：赤外放射光の次世代利用研究推進：高圧・低温での強相関電子構造研究および赤外近接場イメージング分光法の開発

装置整備：BL43IR の高圧赤外分光装置の整備・高度化、近接場分光装置の開発・整備

利用研究支援：当該装置を用いた共同利用研究の支援

### (2) ビームライン：BL43IR

### (3) 評価結果：4 年日以降を実施する

### (4) 評価コメント

本パワーユーザー課題は BL43IR を使用するもので、二つのテーマからなる。ひとつは YbS などの物質における、強相関 f 電子系および d 電子系のフェルミ準位付近の電子状態に関する研究である。これはダイヤモンドアンビルセルによる 20 GPa の高圧・低温下で赤外分光測定を行うもので、実験技術は既に確立し、データ解析法を含めて着実に成果があがっている。もうひとつは近接場光学技術を用いた回折限界を上回る空間分解能を持つ顕微赤外分光法の開発で、ビームラインスタッフと共同で行われている。微弱な近接場光の検出が困難で開発計画に遅れが見られるが、非対称 FT-IR の導入によってこの問題は解決される可能性があり、今後の進展を期待したい。本ビームラインは利用者が少なく、ユーザー拡大が必要とされている。4 年日以降も本課題を継続して実施することが適切と判断するが、パワーユーザーの役割として、本課題で開発された技術を利用する利用者を探すことも必要であるだけでなく、それ以外に新しい研究テーマを持った利用者層を開拓することにも務めるべきであろう。

## 2008A 期実施開始の長期利用課題の事後評価について

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

2008A 期に採択された長期利用課題について、2010B 期に 3 年間の実施期間を終了しましたので、平成 23 年 11 月に SPring-8 利用研究課題審査委員会長期利用分科会による事後評価が行われました。

事後評価は、長期利用分科会が実験責任者に対しヒアリングを行った後、評価を行うという形式で実施し、利用研究課題審査委員会で評価結果を取りまとめました。以下に対象となる長期利用課題 2 課題のうち、評価を受けた 1 課題の評価結果を示します。研究内容については本誌「最近の研究から」に実験責任者による紹介記事を掲載しています。

なお、2008A 期に採択された長期利用課題 2 課題のうちもう 1 課題については、平成 23 年 5 月に事後評価を実施し、「SPring-8 利用者情報」Vol.16 No.3 (2011 年 8 月号) の 224 ページに掲載済みです。

results on MLD & MCD-HAXPES studies. Some important information on magnetic layers covered by non-magnetic thin films was successfully observed. Some of the activities have been published in 10 peer-reviewed journals. Although the current achievement of SPINHAXPES so far has been limited to detect the spin-polarized signals from Fe 2p core levels because of the weak intensity of valence electrons, further progress of the study can be expected by improvement of the lens system and by applying the new multi-channel spin filtering detection system. All the reviewers judged that the achievements of the proposal are “Excellent”. The proposal to submit the long-term project for the next step from 2012 period is strongly recommended. It is also expected that the system will become user-friendly and widely used for material science.

課題名	SPIN polarized high resolution HArd Xray Photo Emission Spectroscopy SPINHAXPES
実験責任者(所属)	Claudia Felser (Johannes Gutenberg-University, Mainz)
採択時の課題番号	2008A0017
利用ビームライン	BL47XU
配分総シフト	138 shifts

### 〔評価〕

The purpose of this proposal was to newly develop a spin-polarized hard-x-ray photoemission spectroscopy (SPINHAXPES) technique. The main targets of studies are materials concerning to spintronics devices. Since most of the samples are multilayer systems, bulk sensitive technique is essential to investigate magnetic and electronic structures for substrate layers. In this proposal, the group members developed SPINHAXPES and magnetic linear- and circular-dichroism (MLD & MCD) in HAXPES techniques. They obtained excellent

## 2010A 期 採択長期利用課題の中間評価について

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

2010A 期に採択された 1 件の長期利用課題について、平成 23 年 11 月に SPring-8 利用研究課題審査委員会長期利用分科会により中間評価が行われました。

長期利用課題の中間評価は、実験開始から 1 年半が経過した課題の実験責任者が成果報告を行い、長期利用分科会が、対象課題の 3 年目の実験を実施するかどうかの判断を行うものです。以下に対象課題の評価結果および評価コメントを示します。

GST 薄膜と GS 薄膜を試料として、レーザー照射後のレーザー光を利用した反射率の時間変化測定を行い、GS の方が次世代光ディスク材料として適する可能性を見出したことも評価に値する。

今後は、レーザー・X 線同時照射実験による 20 nm 以下の微粒子での構造変化測定を目指し、当初の目的を達成して頂きたい。その結果が、光デバイス開発のブレイクスルーへと繋がることを期待する。

課題名	次世代光ストレージ開発のための相変化微粒子材料のピンポイント構造計測
実験責任者(所属)	山田 昇 (パナソニック株式会社)
採択時の課題番号	2010A0030
利用ビームライン	BL40XU
評価結果	3 年目を実施する

### 〔評価コメント〕

本研究課題は、SPring-8 で培われた放射光計測技術 (ピンポイント構造計測) を材料開発へ活用することにより、高速大容量の次世代光ディスクの開発を目的としている。この分野において世界をリードするという高い目標をもっていることも推察される。

研究初期段階において、研究グループが当初計画していた GST の 20 nm 微粒子試料作成には、“酸化”という想定外の困難が発生したため、研究遂行に若干の遅れが生じたが、この困難を克服して新しい試料作成法を開発し、比較的短期間で問題解決に至ったことは評価できる。次いで、当グループは、放射光計測装置に試料位置微調整用フィードバック機構を加える等の改良を施し、100 nm 級ではあるが、新規手法により実デバイス構成に近い擬似微粒子を作成し、レーザー・X 線同時照射実験を行った。その結果、構造変化に伴う X 線回折強度の時間変化をナノ秒の時間スケールにて捉えることに成功したことは評価に値するが、その変化の原子レベルの解析には至っておらず今後の進展に期待する。また、

## SPring-8 運転・利用状況

財団法人高輝度光科学研究センター  
研究調整部

### ◎平成23年9～12月の運転・利用実績

SPring-8は9月24日から10月31日までセベラルバンチ運転で第5サイクルの運転を行い、11月3日から12月2日までセベラルバンチ運転で第6サイクルの運転を実施した。第5～6サイクルでは真空悪化等による停止があったが、全体としては順調な運転であった。総放射光利用運転時間（ユーザータイム）内での故障等による停止時間（down time）は、第5サイクルは約0.5%、第6サイクルは4.8%であった。

放射光利用実績（いずれも暫定値）については、実施された共同利用研究の実験数は、第5サイクルは合計304件、利用研究者は1,465名で、専用施設利用研究の実験数は合計189件、利用研究者は911名であった。第6サイクルは合計283件、利用研究者は1,432名で、専用施設利用研究の実験数は合計165件、利用研究者は846名であった。

### 1. 装置運転関係

- (1) 運転期間  
第5サイクル（9/24（土）～10/31（月））  
第6サイクル（11/3（木）～12/2（金））
- (2) 運転時間の内訳  
第5サイクル  
運転時間総計 約886時間  
①装置の調整およびマシンスタディ等 約239時間  
②放射光利用運転時間 約644時間  
③故障等によるdown time 約3時間  
総放射光利用運転時間（ユーザータイム＝②+③）  
に対するdown timeの割合 約0.5%
- 第6サイクル  
運転時間総計 約696時間  
①装置の調整およびマシンスタディ等 約73時間  
②放射光利用運転時間 約593時間  
③故障等によるdown time 約30時間  
総放射光利用運転時間（ユーザータイム＝②+③）

- に対するdown timeの割合 約4.8%
- (3) 運転スペック等  
第5サイクル（セベラルバンチ運転）  
・1/14 filling + 12 bunches  
・11 bunch train × 29  
第6サイクル（セベラルバンチ運転）  
・11 bunch train × 29  
・203 bunches  
・4/58 filling + 53 bunches  
・1/14 filling + 12 bunches  
・入射は電流値優先モード（2～3分毎（マルチバンチ時）もしくは20～40秒毎（セベラルバンチ時））のTop-Upモードで実施。  
・蓄積電流 8 GeV、～100 mA
- (4) 主なdown timeの原因  
・ビーム軌道変動によるアボート  
・ID47真空悪化

### 2. 利用関係

- (1) 放射光利用実験期間  
第5サイクル（10/2（日）～10/31（月））  
第6サイクル（11/4（金）～12/2（金））
- (2) ビームライン利用状況  
稼働ビームライン  
共用ビームライン 26本  
専用ビームライン 17本  
理研ビームライン 8本  
加速器診断ビームライン 2本
- 第5サイクル（暫定値）  
共同利用研究実験数 304件  
共同利用研究者数 1,465名  
専用施設利用研究実験数 189件  
専用施設利用研究者数 911名
- 第6サイクル（暫定値）  
共同利用研究実験数 283件  
共同利用研究者数 1,432名

専用施設利用研究実験数	165件
専用施設利用研究者数	846名

◎平成23年12月～平成24年1月の運転・利用実績

SPring-8は12月5日から12月22日までセベラルバンチ運転で第7サイクルの運転を実施した。

12月23日から1月17日まで冬期点検調整期間とし、加速器やビームラインに係わる機器の改造・点検作業、電気・冷却設備等の機器の点検作業等を行った。

1月18日から2月9日までセベラルバンチ運転で第8サイクルを実施する。第7サイクルおよび第8サイクルの運転・利用実績については次号にて掲載する。

◎今後の予定

- (1) 2月10日から3月31日まで年度末点検調整期間とし、加速器やビームラインに係わる機器の改造・点検作業、電気・冷却設備等の機器の点検作業等を行う予定である。
- (2) 年度末点検調整期間後の運転条件については決定しだいユーザーにSPring-8のWWW等で報告する。



# 論文発表の現状

財団法人高輝度光科学研究センター 利用業務部

年別査読有り論文発表登録数（2011年12月31日現在）

\* 利用業務部が別刷りなどの資料を受け取り、SPring-8を利用したという記述が確認できたもののみをカウント

Beamline Name		Public Use Since	~2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	total		
Public Beamlines	BL01B1	XAFS (1997.10)	68	24	21	21	31	39	36	50	52	41	53	436		
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis (1997.10)	19	15	16	11	14	10	10	8	8	15	10	136		
	BL02B2	Powder Diffraction (1999. 9)	39	35	47	44	45	41	44	62	59	46	64	526		
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research (1997.10)	29	17	8	22	12	10	13	12	16	15	14	168		
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction (1999. 9)	6	15	8	19	12	20	38	17	24	28	20	207		
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering (1997.10)	25	5	10	9	10	17	15	6	7	11	17	132		
	BL09XU	Nuclear Resonant Scattering (1997.10)	14	10	13	7	8	11	12	12	7	6	10	110		
	BL10XU	High Pressure Research (1997.10)	47	21	19	20	29	20	31	29	22	33	21	292		
	BL13XU	Surface and Interface Structure (2001. 9)				7	12	21	15	21	25	18	16	12	147	
	BL14B2	Engineering Science Research II (2007. 9)									2	14	19	23	58	
	BL19B2	Engineering Science Research I (2001.11)				6	14	20	18	19	18	17	18	24	154	
	BL20B2	Medical and Imaging I (1999. 9)		20	16	12	25	13	16	15	21	10	9	16	173	
	BL20XU	Medical and Imaging II (2001. 9)			2	13	4	7	8	21	24	23	28	16	146	
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid (1998. 4)		39	23	13	31	39	20	41	23	19	20	18	286	
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry (1998. 5)		23	20	18	25	45	40	25	35	14	19	22	286	
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction (1999. 9)		2	1	9	7	8	7	15	13	12	8	7	89	
	BL35XU	High Resolution Inelastic Scattering (2001. 9)		3		5	8	5	3	13	19	4	8	11	79	
	BL37XU	Trace Element Analysis (2002.11)				1	12	11	11	13	11	11	19	14	103	
	BL38B1	Structural Biology III (2000.10)		1	4	13	31	37	47	42	40	48	33	29	325	
	BL39XU	Magnetic Materials (1997.10)		37	5	11	17	10	10	19	12	25	11	15	172	
	BL40B2	Structural Biology II (1999. 9)		17	25	30	39	35	31	44	20	23	31	23	318	
	BL40XU	High Flux (2000. 4)		5	3	3	9	10	12	14	9	10	8	9	92	
	BL41XU	Structural Biology I (1997.10)		50	31	36	63	61	66	65	57	70	43	35	577	
	BL43IR	Infrared Materials Science (2000. 4)		5	1	5	6	10	5	8	12	5	5	6	68	
	BL46XU	Engineering Science Research III (2000.11)		1	3	6	3	8	14	12	15	10	13	10	95	
	BL47XU	HXPES - MCT (1997.10)		28	9	6	17	26	25	26	20	25	16	16	214	
	Public Use at Other Beamlines	BL11XU	Quantum Dynamics (1999. 3)		3	3	1	1	2	1	4				1	16
		BL14B1	Materials Science (1998. 4)		4	9	5	2	3	3	7	3	3	1	40	
		BL15XU	WEBRAM (2002. 9)					6	4	8	7	7	2	1	35	
		BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy (2005. 9)								1	2	3	1	6	13
		BL19LXU	RIKEN SR Physics (2002. 9)					1	3	1					5	
		BL22XU	Quantum Structural Science (2004. 9)									1			5	
		BL23SU	Actinide Science (1998. 8)		3	1	4	2	5	10	12	3	1	2	43	
		BL26B1	RIKEN Structural Genomics I (2009. 4)												2	2
BL26B2		RIKEN Structural Genomics II (2009. 4)											1	1		
BL29XU		RIKEN Coherent X-ray Optics (2002. 9)				1	2	1	4	2	4	1		15		
BL32XU		RIKEN Targeted Proteins (2010.10)												2	2	
BL44B2		RIKEN Materials Science (1998. 5)		3	2	1	2	3						11		
BL45XU		RIKEN Structural Biology I (1997.10)		9	5	9	12	5	6	11	2	4	7	5	75	
Subtotal			497	305	359	504	553	553	653	598	567	531	532	5652		
Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterials (2009.11)										1	2	3		
	BL07LSU	University-of-Tokyo Synchrotron Radiation Outstation (2009.11)										1	4	5		
	BL08B2	Hyogo Prefecture BM (2005. 9)										1	1	2		
	BL11XU	Quantum Dynamics	8	2	3	7	10	7	13	8	7	8	5	78		
	BL12B2	NSRRC BM (2001. 9)	1	3	16	20	24	13	8	7	7	7	2	108		
	BL12XU	NSRRC ID (2003. 2)			1		5	6	6	8	5	15	3	49		
	BL14B1	Materials Science	8	8	5	7	7	7	11	18	14	17	12	114		
	BL15XU	WEBRAM (2001. 4)	3	15	13	5	3	13	14	15	28	34	35	178		
	BL16B2	Sunbeam BM (1999. 9)	9	3	1	1	2	7	5	3	4	4	4	43		
	BL16XU	Sunbeam ID (1999. 9)	2	1	1	4	5	6	4	2	4	4	1	34		
	BL22XU	Quantum Structural Science				1	4	13	12	5	8	14	7	64		
	BL23SU	Actinide Science	18	11	11	13	8	10	14	21	21	14	18	159		
	BL24XU	Hyogo Prefecture ID (1998.10)	39	19	13	11	9	7	12	6	7	5	6	134		
	BL32B2	Pharmaceutical Industry (2002. 9)				6	3	2	4	6	1	1	1	24		
	BL33LEP	Laser-Electron Photon (2000.10)	10	2	2		2	2	2	2	4	3		29		
	BL33XU	Toyota (2009. 5)												2	2	
BL44XU	Macromolecular Assemblies (2000. 2)	1	9	12	17	27	31	27	21	27	14	24	210			
Subtotal			99	73	78	92	109	124	132	122	137	143	127	1236		
RIKEN Beamlines	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy				2	5	4	10	17	13	8	2	61		
	BL19LXU	SR Physics	5	3	2	11	6	11	12	5	10	2	1	68		
	BL26B1	Structural Genomics I			2	18	35	22	19	22	10	4	1	133		
	BL26B2	Structural Genomics II			1	5	4	6	6	18	4	4	4	52		
	BL29XU	Coherent X-ray Optics	17	10	19	13	17	9	20	13	8	7	4	137		
	BL32XU	Targeted Proteins											1	1		
BL44B2	Materials Science	36	20	29	23	19	18	20	14	9	6	7	201			
BL45XU	Structural Biology I	40	15	21	20	17	16	14	15	8	6	1	173			
Subtotal			98	48	74	92	103	86	101	104	62	37	21	826		
Hardware / Software R & D			206	20	26	25	22	29	16	9	27	19	9	408		
NET Sum Total			784	377	450	599	678	655	775	720	697	645	581	6961		

NET Sum Total : 実際に登録されている件数 (本表に表示していない実験以外に関する文献を含む)

複数ビームライン (BL) からの成果からなる論文はそれぞれのビームラインでカウントした。

このデータは論文発表等登録データベース (<http://user.spring8.or.jp/?p=748&lang=ja>) に2011年12月31日までに登録されたデータに基づいており、今後変更される可能性があります。

・本登録数は別刷り等で SPring-8 で行ったという記述が確認できたもののみとしています。SPring-8 での成果を論文等にする場合は必ず SPring-8 のどのビームラインで行ったという記述を入れて下さい。

成果発表出版形式別登録数 (2011年12月31日現在)

\* 利用業務部が別刷りなどの資料を受け取り、SPring-8を利用したという記述が確認できたもののみをカウント

	Beamline Name	Public Use Since	Refereed papers	Proceedings	Other publications	Total	
Public Beamlines	BL01B1	XAFS (1997.10)	436	48	67	551	
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis (1997.10)	136	14	21	171	
	BL02B2	Powder Diffraction (1999. 9)	526	33	65	624	
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research (1997.10)	168	8	34	210	
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction (1999. 9)	207	11	30	248	
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering (1997.10)	132	10	33	175	
	BL09XU	Nuclear Resonant Scattering (1997.10)	110	14	23	147	
	BL10XU	High Pressure Research (1997.10)	292	21	46	359	
	BL13XU	Surface and Interface Structure (2001. 9)	147	11	28	186	
	BL14B2	Engineering Science Research II (2007. 9)	58	5	12	75	
	BL19B2	Engineering Science Research I (2001.11)	154	38	57	249	
	BL20B2	Medical and Imaging I (1999. 9)	173	60	58	291	
	BL20XU	Medical and Imaging II (2001. 9)	146	71	53	270	
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid (1998. 4)	286	16	43	345	
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry (1998. 5)	286	16	24	326	
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction (1999. 9)	89	13	19	121	
	BL35XU	High Resolution Inelastic Scattering (2001. 9)	79	6	9	94	
	BL37XU	Trace Element Analysis (2002.11)	103	12	28	143	
	BL38B1	Structural Biology III (2000.10)	325	10	30	365	
	BL39XU	Magnetic Materials (1997.10)	172	13	58	243	
	BL40B2	Structural Biology II (1999. 9)	318	10	60	388	
	BL40XU	High Flux (2000. 4)	92	13	43	148	
	BL41XU	Structural Biology I (1997.10)	577	3	59	639	
	BL43IR	Infrared Materials Science (2000. 4)	68	11	30	109	
BL46XU	Engineering Science Research III (2000.11)	95	9	17	121		
BL47XU	HXPES・MCT (1997.10)	214	90	88	392		
Public Use at Other Beamlines	BL11XU	Quantum Dynamics (1999. 3)	16	2	3	21	
	BL14B1	Materials Science (1998. 4)	40	1	10	51	
	BL15XU	WEBRAM (2002. 9)	35	19	7	61	
	BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy (2005. 9)	13		6	19	
	BL19LXU	RIKEN SR Physics (2002. 9)	5		1	6	
	BL22XU	Quantum Structural Science (2004. 9)	5		1	6	
	BL23SU	Actinide Science (1998. 6)	43	4	16	63	
	BL26B1	RIKEN Structural Genomics I (2009. 4)	2			2	
	BL26B2	RIKEN Structural Genomics II (2009. 4)	1			1	
	BL29XU	RIKEN Coherent X-ray Optics (2002. 9)	15		1	16	
	BL32XU	RIKEN Targeted Proteins (2010.10)	2			2	
	BL44B2	RIKEN Materials Science (1998. 5)	11		3	14	
	BL45XU	RIKEN Structural Biology I (1997.10)	75	5	13	93	
		Subtotal		5652	597	1096	7345
	Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterials (2009.11)	3		1	4
BL07LSU		University-of-Tokyo Synchrotron Radiation Outstation (2009.11)	5			5	
BL08B2		Hyogo Prefecture BM (2005. 9)	2			2	
BL11XU		Quantum Dynamics	78	6	8	92	
BL12B2		NSRRC BM (2001. 9)	108	1		109	
BL12XU		NSRRC ID (2003. 2)	49	6	3	58	
BL14B1		Materials Science	114	10	34	158	
BL15XU		WEBRAM (2001. 4)	178	7	19	204	
BL16B2		Sunbeam BM (1999. 9)	43	8	39	90	
BL16XU		Sunbeam ID (1999. 9)	34	8	34	76	
BL22XU		Quantum Structural Science	64	2	16	82	
BL23SU		Actinide Science	159	34	74	267	
BL24XU		Hyogo Prefecture ID (1998.10)	134	17	48	199	
BL32B2		Pharmaceutical Industry (2002. 9)	24		3	27	
BL33LEP		Laser-Electron Photon (2000.10)	29	24	3	56	
BL33XU		Toyota (2009. 5)	2	1	2	5	
BL44XU	Macromolecular Assemblies (2000. 2)	210		24	234		
	Subtotal		1236	124	308	1668	
RIKEN Beamlines	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy	61	4	7	72	
	BL19LXU	SR Physics	68	7	18	93	
	BL26B1	Structural Genomics I	133	1	17	151	
	BL26B2	Structural Genomics II	52	1	11	64	
	BL29XU	Coherent X-ray Optics	137	14	21	172	
	BL32XU	Targeted Proteins	1	1	1	3	
	BL44B2	Materials Science	201	2	14	217	
BL45XU	Structural Biology I	173	4	38	215		
	Subtotal		826	34	127	987	
Hardware / Software R & D			408	442	398	1248	
NET Sum Total			6961	1051	1468	9480	

Refereed Papers: 査読有りの原著論文、査読有りのプロシーディングと博士論文

Proceedings: 査読なしのプロシーディング

Other publications: 発表形式が出版で、上記の二つに当てはまらないもの(総説、単行本、賞、その他として登録されたもの)

NET Sum Total: 実際に登録されている件数(本表に表示していない実験以外に関する文献を含む)

複数ビームライン(BL)からの成果からなる論文等はそれぞれのビームラインでカウントした。

・本登録数は別刷り等で SPring-8 で行ったという記述が確認できたもののみとしています。SPring-8 での成果を論文等にする場合は必ず SPring-8 のどのビームラインで行ったという記述を入れて下さい。

## 最近SPring-8から発表された成果リスト

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

SPring-8において実施された研究課題等の成果が公表された場合はJASRIの成果登録データベースに登録していただくことになっており、その内容は以下のURL（SPring-8論文データベース検索ページ）で検索できます。

[http://www.spring8.or.jp/ja/science/publication\\_database/](http://www.spring8.or.jp/ja/science/publication_database/)

このデータベースに登録された原著論文の内、平成23年10月～12月にその別刷もしくはコピー等を受理したもの（登録時期は問いません）を以下に紹介します。論文の情報（主著者、巻、発行年、ページ、タイトル）に加え、データベースの登録番号（研究成果番号）を掲載していますので、詳細は上記検索ページの検索結果画面でご覧いただくことができます。また実施された課題の情報（課題番号、ビームライン、実験責任者名）も掲載しています。課題番号は最初の4文字が「year」、次の1文字が「term」、後ろの4文字が「proposal no.」となっていますので、この情報から以下のURLで公表している、各課題の英文利用報告書（SPring-8 User Experiment Report）を探してご覧いただくことができます。

[http://www.spring8.or.jp/ja/news\\_publications/publications/user\\_exp\\_report/](http://www.spring8.or.jp/ja/news_publications/publications/user_exp_report/)

今後も利用者情報には発行月の2ヶ月前の月末締めで、前号掲載分以降に登録された論文情報を掲載していく予定です。なお、データベースは毎日更新されていますので、最新情報はSPring-8論文データベース検索ページでご確認ください。なお、実験責任者のかたには、成果が公表されましたら速やかに登録いただきますようお願いいたします。

### SPring-8 研究成果登録データベースに2011年10月～12月に登録された論文が掲載された主な雑誌と掲載論文数

掲載雑誌	登録論文数	掲載雑誌	登録論文数
Physical Review B	24	Applied Physics Letters	8
Acta Crystallographica Section F	16	ECS Transactions	8
Japanese Journal of Applied Physics	12	Key Engineering Materials	8
Journal of Molecular Biology	11	The Journal of Biological Chemistry	7
Proteins: Structure, Function, and Bioinformatics	11	Journal of Applied Physics	6
Journal of the Physical Society of Japan	10	Journal of Materials Chemistry	6
AIP Conference Proceedings	9	Journal of Physics: Conference Series	6
Journal of the American Chemical Society	9		

他全148誌、計 348報

課題の成果として登録された論文

Physical Review B

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18779	Yuanhua Lin	83 (2011) 193105	2006A3823	BL23SU	藤森 淳	Tunable Ferromagnetism in $\text{Ni}_{0.97-y}\text{Mn}_y\text{O}$ Thin Films with Hole Doping and Their Electronic Structures
19065	Masafumi Sakata	83 (2011) 220512(R)	2009A1893	BL10XU	清水 克哉	Superconducting State of Ca-VII Below a Critical Temperature of 29 K at a Pressure of 216 GPa
19468	G. Eguchi	83 (2011) 024512	2009B0083	BL02B1	澤 博	Crystallographic and Superconducting Properties of the Fully Gapped Noncentrosymmetric $5d$ -electron Superconductors $\text{CaMSi}_3$ ( $M=\text{Ir, Pt}$ )
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
19852	Alexei Belik	84 (2011) 094438	2009A4800	BL15XU	小林 啓介	Crystal Structure and Magnetic Properties of $6H\text{-SrMnO}_3$
			2009B4505	BL15XU	Belik Alexei	
19894	Hiroshi Tanida	84 (2011) 115128	2010A0084	BL02B2	久保田 佳基	Electronic Structure and Localized Lanthanide Character of $\text{LnT}_2\text{Al}_{10}$ ( $T=\text{Ru, Os}$ )
19907	Shuvrajyoti Bhattacharjee	84 (2011) 104116	2010B0084	BL02B2	久保田 佳基	Temperature-induced Isostructural Phase Transition, Associated Large Negative Volume Expansion, and the Existence of a Critical Point in the Phase Diagram of the Multiferroic $(1-x)\text{BiFeO}_3-x\text{PbTiO}_3$ Solid Solution System
19964	Vijay Kumar	84 (2011) 134204	2010A1029	BL01B1	松浦 真	Atomic and Electronic Structure of $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ Bulk Metallic Glass from <i>ab initio</i> Simulations
			2010A1078	BL04B2	陳 明偉	
			2010B1492	BL04B2	陳 明偉	
19997	Haruka Ozawa	84 (2011) 134417	2009B4264	BL12XU	廣瀬 敬	Spin Crossover, Structural Change, and Metallization in NiAs-type FeO at High Pressure
			2010A4252	BL12XU	廣瀬 敬	
			2009B0087	BL10XU	廣瀬 敬	
			2010A0087	BL10XU	廣瀬 敬	
			2010B0087	BL10XU	廣瀬 敬	
			2011A0087	BL10XU	廣瀬 敬	
20145	Masashi Nakamura	84 (2011) 165433	2008B1395	BL13XU	中村 将志	Structure of the Electrical Double Layer on Ag(100): Promotive Effect of Cationic Species on Br Adlayer Formation
			2009B1363	BL13XU	中村 将志	
			2010B1070	BL13XU	中村 将志	
			2011A1119	BL13XU	中村 将志	
20157	Siham Ouardi	84 (2011) 155122	2008B0017	BL47XU	Felser Claudia	Electronic and Crystallographic Structure, Hard X-ray Photoemission, and Mechanical and Transport Properties of the Half-Metallic Heusler Compound $\text{Co}_2\text{MnGe}$
			2008B4903	BL15XU	Felser Claudia	
20219	Ravindra Singh Solanki	84 (2011) 144116	2011A1324	BL02B2	Pandey Dhananjai	Ground State of $(\text{Pb}_{0.94}\text{Sr}_{0.06})(\text{Zr}_{0.530}\text{Ti}_{0.470})\text{O}_3$ in the Morphotropic Phase Boundary Region: Evidence for a Monoclinic <i>Cc</i> Space Group
			2011A0084	BL02B2	久保田 佳基	
20375	Sandra Carlsson	84 (2011) 094455	2008B1616	BL02B2	山田 幾也	Suppression of Geometric Frustration by Magnetoelastic Coupling in $\text{AuCrS}_2$
20393	Tatsuo Fukuda	84 (2011) 064504	2008A2050	BL35XU	内山 裕士	Soft and Isotropic Phonons in $\text{PrFeAsO}_{1-y}$
			2008B1403	BL35XU	社本 真一	
			2009A1436	BL35XU	社本 真一	
			2009B1609	BL35XU	福田 竜生	
			2009B2136	BL35XU	内山 裕士	
			2010A1296	BL35XU	福田 竜生	
20478	Hisao Kobayashi	84 (2011) 184304	2009A1305	BL09XU	小林 寿夫	Orthorhombic Fluctuations in Tetragonal $\text{AFe}_2\text{As}_2$ ( $A=\text{Sr and Eu}$ )
			2009B1408	BL09XU	小林 寿夫	
20507	Akira Yasui Yoichi	84 (2011) 195121	2009B3831	BL23SU	保井 晃	Electronic Structure of $\text{YbCu}_2\text{Ge}_2$ Studied by Soft X-ray Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy
20528	Tanabe	84 (2011) 100508(R)	2010B1435	BL02B2	谷垣 勝己	Coexistence of Dirac-Cone States and Superconductivity in Iron Pnictide $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Ru}_x\text{As})_2$
			2010A1105	BL02B1	谷垣 勝己	
20529	Gang Mu	84 (2011) 054505	2010B1435	BL02B2	谷垣 勝己	Evidence for Line Nodes in the Energy Gap of the Overdoped $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2\text{As}_2$ from Low-Temperature Specific Heat Measurements
			2009B1731	BL02B2	谷垣 勝己	
			2010A1105	BL02B1	谷垣 勝己	
20534	Yasuhiro Matsuda	84 (2011) 174431	2009B1240	BL39XU	松田 康弘	Orbital Magnetism in $\text{Cd}_2\text{Os}_2\text{O}_7$ Studied by X-ray Magnetic Circular Dichroism
20610	John Tse	84 (2011) 184105	2008A1019	BL10XU	Tse John	Pressure-induced Electron Topological Transitions in Ba-doped Si Clathrate

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20696	Takashi Konishi	84 (2011) 132102	2010A1291	BL40B2	小西 隆士	Polymer Crystallization Mechanism through a Mesomorphic State
			2010A1200	BL40B2	深尾 浩次	
			2010B1479	BL40B2	深尾 浩次	
20769	Cesare Pisani	84 (2011) 245102	2010B2061	BL08W	櫻井 吉晴	Anisotropy of the Electron Momentum Distribution in $\alpha$ -quartz Investigated by Compton Scattering and <i>ab</i> <i>initio</i> Simulations
20778	Akinori Irizawa	84 (2011) 235116	2007A1129	BL43IR	入澤 明典	Direct Observation of a Pressure-Induced Metal- Insulator Transition in $\text{LiV}_2\text{O}_4$ by Optical Studies
			2007B1101	BL43IR	入澤 明典	
20802	Vajihah Alijani	84 (2011) 224416	2008B0017	BL47XU	Felser Claudia	Electronic, Structural, and Magnetic Properties of the Half-Metallic Ferromagnetic Quaternary Heusler Compounds $\text{CoFeMnZ}$ ( $Z = \text{Al, Ga, Si, Ge}$ )
			2008B4903	BL15XU	Felser Claudia	
20832	Kazuaki Iwasa	84 (2011) 214308	2007B1328	BL35XU	岩佐 和晃	Motion of the Guest Ion as Precursor to the First-Order Phase Transition in the Cage System $\text{GdB}_6$
			2009A1224	BL35XU	岩佐 和晃	

### Acta Crystallographica Section F

18608	Orapin Ariyawutthiphon	67 (2011) 417-420	2008B1376	BL41XU	尾瀬 農之	Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Study of a Methyltransferase Involved in 2- methylisoborneol Biosynthesis in <i>Streptomyces lasaliensis</i>
18651	Hirota Narita	67 (2011) 344-348	2009A6500	BL44XU	山下 栄樹	Refolding, Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Study of the Whole Extracellular Regions of Nectins
			2009B6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2010A6500	BL44XU	山下 栄樹	
18899	Midori Taketa	66 (2010) 1477-1479	2010B1041	BL38B1	廣田 俊	Crystallization and Preliminary X-ray Analysis of Dimeric and Trimeric Cytochromes <i>c</i> from Horse Heart
			2011A1204	BL38B1	長尾 聡	
19126	Futao Yu	67 (2011) 685-688	2011A1062	BL41XU	姚 閔	Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Analysis of Dihydrouridine Synthase from <i>Thermus</i> <i>thermophilus</i> and its Complex with tRNA
19127	Aiping Zheng	67 (2011) 730-733	2010A1046	BL41XU	姚 閔	Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Analysis of eIF5B $\Delta$ N and the eIF5B $\Delta$ N-eIF1A $\Delta$ N Complex
			2007B1095	BL41XU	姚 閔	
20176	Kousuke Nishimura	67 (2011) 1244-1246	2010B6515	BL44XU	北所 健悟	Crystallization and Preliminary Crystallographic Studies of the HA3 Subcomponent of the Type B Botulinum Neurotoxin Complex
			2010A6515	BL44XU	北所 健悟	
			2009B6917	BL44XU	北所 健悟	
			2009A6917	BL44XU	北所 健悟	
20268	Takenori Shibahara	67 (2011) 1425-1427	2011A1902	BL26B1	櫻庭 春彦	Crystallization and Preliminary X-ray Analysis of a Dye- linked D-lactate Dehydrogenase from the Aerobic Hyperthermophilic Archaeon <i>Aeropyrum pernix</i>
20287	Yi-Hung Lin	26 (2006) 743-745	2006A4127	BL12B2	Chen Chun Jung	Purification, Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Analysis of Rice Bifunctional $\alpha$ -amylase/subtilisin Inhibitor from <i>Oryza sativa</i>
			2005B4125	BL12B2	Chen Chun Jung	
20289	Chueh- Yuan Kuo	62 (2006) 916-919	2006A4134	BL12B2	Chen Chun Jung	Purification, Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Analysis of Chitinase from <i>Bacillus</i> <i>cereus</i> NCTU2
			2005B4125	BL12B2	Chen Chun Jung	
20227	Yi-Che Su	66 (2010) 636-642	2009A4007	BL12B2	Chou Shan- Ho	Structure of <i>Stenotrophomonas maltophilia</i> FeoA Complexed with Zinc: a Unique Prokaryotic SH3- domain Protein that Possibly Acts as a Bacterial Ferrous Iron-Transport Activating Factor
			2009B4004	BL12B2	Chou Shan- Ho	
20291	Chung-Der Chen	63 (2007) 492-494	2007A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	Purification, Crystallization and Preliminary X-ray Crystallographic Analysis of Branched-Chain Aminotransferase from <i>Deinococcus radiodurans</i>
			2006A4127	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2006A4134	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2006B4132	BL12B2	Chen Chun Jung	



研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20358	Shinichi Terawaki	67 (2011) 758-761	2008B1641	BL41XU	寺脇 慎一	Crystallographic Characterization of the DIX Domain of the Wnt Signalling Positive Regulator Ccd1
			2009A1212	BL41XU	寺脇 慎一	
			2010A6524	BL44XU	寺脇 慎一	
			2010B6524	BL44XU	寺脇 慎一	
			理研	BL26B2		
20688	Shunichi Tanaka	62 (2006) 902-905	2005B1766	BL41XU	金谷 茂則	Crystallization and Preliminary X-ray Diffraction Study of Active-site Mutant of Pro-Tk-subtilisin from a Hyperthermophilic Archaeon
20704	Tsutomu Nakamura	67 (2011) 1559-1562	2011A1986	BL38B1	中村 努	Crystallization and Preliminary Crystallographic Analysis of a Putative Glucokinase/Hexokinase from <i>Thermus thermophilus</i>
20736	Dong-Ju You	62 (2006) 781-784	2005B1766	BL41XU	金谷 茂則	Crystallization and Preliminary Crystallographic Analysis of Type 1 RNase H from Hyperthermophilic Archaeon <i>Sulfolobus tokodaii</i> 7
20739	Clement Angkawidjaja	63 (2007) 187-189	2006B1641	BL38B1	金谷 茂則	Extracellular Overproduction and Preliminary Crystallographic Analysis of a Family I.3 Lipase

### Japanese Journal of Applied Physics

19818	Yasuhiro Yoneda	50 (2011) 09NE06	2008B3609	BL14B1	米田 安宏	Local Structure Analysis of Bi(Mg <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.5</sub> )O <sub>3</sub> Grown by High Pressure Synthesis
			2008B3611	BL14B1	米田 安宏	
			2009A3608	BL14B1	米田 安宏	
19821	Yasuhiro Yoneda	49 (2010) 09ME09	2009B1084	BL04B2	米田 安宏	Local Structure of Li-substituted (Bi <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> )TiO <sub>3</sub>
			2010A1068	BL04B2	米田 安宏	
			2008A3602	BL14B1	米田 安宏	
19895	Chikako Moriyoshi	49 (2010) 09ME10	2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	Charge Density Study of Metastable State in BaTi <sub>2</sub> O <sub>5</sub> with 5-Fold Coordinated Ti
			2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	
			2009B1067	BL02B2	余野 建定	
			2010A1220	BL02B2	増野 敦信	
19896	Eisuke Magome	49 (2010) 09ME06	2008B1040	BL02B2	増野 敦信	Non-Centrosymmetric Structure of LuFeO <sub>3</sub> in Metastable State
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
			2009B1067	BL02B2	余野 建定	
			2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	
			2010A1220	BL02B2	増野 敦信	
19903	Chikako Moriyoshi	50 (2011) 09NE05	2010A1306	BL02B1	大沢 仁志	Synchrotron Radiation Study on Time-Resolved Tetragonal Lattice Strain of BaTiO <sub>3</sub> under Electric Field
			2010A0083	BL02B1	澤 博	
			2010B0083	BL02B1	澤 博	
			2011A0083	BL02B1	澤 博	
19936	Kenji Yoshii	50 (2011) 09NE03	2005A0457	BL15XU	伊藤 嘉昭	Resonant Inelastic X-ray Scattering at Ba-L <sub>3</sub> Edge in BaTiO <sub>3</sub>
			2004B0653	BL15XU	伊藤 嘉昭	
			2004A0474	BL15XU	伊藤 嘉昭	
			C03A2004	BL15XU	Vlaicu Aurel	
			C05A2001	BL15XU	Vlaicu Aurel	
19968	Satoshi Wada	50 (2011) 09NC08	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Preparation of Barium Titanate–Potassium Niobate Nanostructured Ceramics with Artificial Morphotropic Phase Boundary Structure by Solvothermal Method
20152	Takuji Hosoi	50 (2011) 10PE03	2007A3875	BL23SU	寺岡 有殿	Synchrotron Radiation Photoemission Study of Ge <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /Ge Structures Formed by Plasma Nitridation
			2008B3875	BL23SU	渡部 平司	
			2009B3874	BL23SU	渡部 平司	
20695	Yoichi Isohama	50 (2011) 09NE04	2010B1573	BL39XU	中島 伸夫	Intrinsic Effect of the Electric Field on Ti–O Bonding in Ferroelectric BaTiO <sub>3</sub> Probed by Resonant X-ray Emission Spectroscopy
20744	Ichiro Fujii	50 (2011) 09ND07	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Structural, Dielectric, and Piezoelectric Properties of Mn-Doped BaTiO <sub>3</sub> –Bi(Mg <sub>1/2</sub> Ti <sub>1/2</sub> )O <sub>3</sub> –BiFeO <sub>3</sub> Ceramics
20768	Hryhoriy Stryhanyuk	51 (2012) 016602	2009B0017	BL47XU	Fecher Gerhard	Spin Polarimetry and Magnetic Dichroism on a Buried Magnetic Layer Using Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy

**Proteins: Structure, Function, and Bioinformatics**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
16256	Minze Jia	69 (2007) 428-432	2005A0820	BL41XU	田之倉 優	Crystal Structure of Dim2p: A Pre-Ribosomal RNA Processing Factor, from <i>Pyrococcus horikoshii</i> OT3 at 2.30 Å
			2005A0822	BL41XU	永田 宏次	
20187	Ko-Hsin Chin	64 (2006) 823-826	2005B4134	BL12B2	Chou Shan-Ho	The Crystal Structure of a Putative Acyl-CoA Thioesterase from <i>Xanthomonas campestris</i> (XC229) Adopts a Tetrameric Hotdog Fold of $\epsilon\gamma$ Mode
			C05A1012	BL12B2	Wang Andrew	
20188	Ko-Hsin Chin	65 (2006) 239-242	2005B4134	BL12B2	Chou Shan-Ho	The Crystal Structure of XC1739: A Putative Multiple Antibiotic-Resistance Repressor (MarR) from <i>Xanthomonas campestris</i> at 1.8 Å Resolution
20189	Ko-Hsin Chin	65 (2006) 1036-1040	2005B4134	BL12B2	Chou Shan-Ho	The Crystal Structure of XC847 From <i>Xanthomonas campestris</i> : A 3'-5' Oligoribonuclease of DnaQ Fold Family With a Novel Oppositely Shifted Helix
20190	Ko-Hsin Chin	65 (2006) 1046-1050	2006A4125	BL12B2	Chou Shan-Ho	Crystal Structure of XC5357 From <i>Xanthomonas campestris</i> : A Putative Tetracenomycin Polyketide Synthesis Protein Adopting a Novel Cupin Subfamily Structure
			2005B4134	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20193	Ko-Hsin Chin	68 (2007) 1006-1010	2006A4125	BL12B2	Chou Shan-Ho	XC5848, an ORFan Protein from <i>Xanthomonas Campestris</i> , Adopts a Novel Variant of Sm-like Motif
			2006A4136	BL12B2	Chou Shan-Ho	
			2006B4127	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20194	Ko-Hsin Chin	69 (2007) 665-671	2006A4125	BL12B2	Chou Shan-Ho	The Crystal Structure of XC1258 from <i>Xanthomonas campestris</i> : A Putative Prokaryotic Nit Protein with an Arsenic Adduct in the Active Site
			2006A4136	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20195	Chao-Yu Yang	74 (2009) 530-537	2008A4015	BL12B2	Chou Shan-Ho	Crystal Structure of RecX: A Potent Regulatory Protein of RecA from <i>Xanthomonas campestris</i>
			2006B4127	BL12B2	Chou Shan-Ho	
			2007A4005	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20196	Tung-Yi Tsai	76 (2009) 1042-1048	2008B4000	BL12B2	Chou Shan-Ho	<i>Xanthomonas campestris</i> PqqD in the Pyrroloquinoline Quinone Biosynthesis Operon Adopts a Novel Saddle-like Fold that Possibly Serves as a PQQ Carrier
20221	Cheng Jen Liao	73 (2008) 362-371	2006A4125	BL12B2	Chou Shan-Ho	Crystal Structure of DFA0005 Complexed with $\alpha$ -ketoglutarate: A Novel Member of the ICL/PEPM Superfamily from Alkali-Tolerant <i>Deinococcus ficus</i>
			2006A4136	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20292	Ming Chi Yang	71 (2008) 1197-1210	2007A4014	BL12B2	Chen Chun Jung	Crystal Structure of a Secondary Vitamin D <sub>3</sub> Binding Site of Milk $\beta$ -lactoglobulin
			2007A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2007B4007	BL12B2	Chen Chun Jung	

## Journal of Molecular Biology

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18702	Mitsuo Kuratani	401 (2010) 323-333	2008A1220	BL41XU	伊藤 拓宏	Crystal structure of <i>Methanocaldococcus jannaschii</i> Trm4 Complexed with Sinefungin
20222	Cheng-Nan Chen	384 (2008) 604-614	2007A4005	BL12B2	Chou Shan-Ho	The First Crystal Structure of Gluconolactonase Important in the Glucose Secondary Metabolic Pathways
			2007A4013	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20223	Jhe-Le Tu	385 (2009) 1113-1126	2007A4013	BL12B2	Chou Shan-Ho	Unique GTP-Binding Pocket and Allostery of Uridylate Kinase from a Gram-Negative Phytopathogenic Bacterium
			2007A4005	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20225	Shu-ju Liao	390 (2009) 951-966	2008B4000	BL12B2	Chou Shan-Ho	Insights into the Alkyl Peroxide Reduction Pathway of <i>Xanthomonas campestris</i> Bacterioferritin Comigratory Protein from the Trapped Intermediate-Ligand Complex Structures
			2008A4005	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20226	Ko-Hsin Chin	396 (2010) 646-662	2009A4007	BL12B2	Chou Shan-Ho	The cAMP Receptor-Like Protein CLP Is a Novel c-di-GMP Receptor Linking Cell-Cell Signaling to Virulence Gene Expression in <i>Xanthomonas campestris</i>
			2009B4004	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20738	Shunichi Tanaka	372 (2007) 1055-1069	2006B1641	BL38B1	金谷 茂則	Four New Crystal Structures of Tk-subtilisin in Unautoprocessed, Autoprocessed and Mature Forms: Insight into Structural Changes during Maturation
			2007A1341	BL38B1	金谷 茂則	
20750	Clement Angkawidjaja	400 (2010) 82-95	2008A1106	BL38B1	金谷 茂則	X-ray Crystallographic and MD Simulation Studies on the Interfacial Activation Mechanism of a Family I.3 Lipase with Two Lids
20752	Shunichi Tanaka	394 (2009) 306-319	2008B1092	BL38B1	金谷 茂則	Identification of the Interactions Critical for Propeptide-Catalyzed Folding of Tk-subtilisin
20754	Marian A. Pulido	374 (2007) 1359-1373	2006B6812	BL44XU	金谷 茂則	Requirement of Left-Handed Glycine Residue for High Stability of the Tk-Subtilisin Propeptide as Revealed by Mutational and Crystallographic Analyses
			2006B1641	BL38B1	金谷 茂則	
			2007A1341	BL38B1	金谷 茂則	
20756	Tita Foophow	400 (2010) 865-877	2008B6909	BL44XU	金谷 茂則	Crystal Structure of a Subtilisin Homologue, Tk-SP, from <i>Thermococcus kodakaraensis</i> : Requirement of a C-terminal $\beta$ -Jelly Roll Domain for Hyperstability

## Journal of the Physical Society of Japan

19775	Masaki Fukui	80 (2011) SA111	2009B1705	BL25SU	吉田 力矢	Photoemission Study of $Rh_{17}S_{15}$ Superconductor
19891	Hiroshi Tanida	79 (2010) 043708	2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	Possible Long-Range Order with Singlet Ground State in $CeRu_2Al_{10}$
19892	Hiroshi Tanida	79 (2010) 063709	2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	Anisotropic Transport Properties of $CeRu_2Al_{10}$
19893	Hiroshi Tanida	79 (2010) 083701	2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	Existence of Fine Structure inside Spin Gap in $CeRu_2Al_{10}$
20394	JungHwa Kim	80 (2011) 073603	2007B1614	BL35XU	Lee Seunghun	Synchrotron X-ray Study of Lattice Vibrations in $CdCr_2O_4$
20536	Yutaka Moritomo	80 (2011) 074608	2011A1418	BL02B2	守友 浩	Cubic-Rhombohedral Structural Phase Transition in $Na_{1.32}Mn[Fe(CN)_6]_{0.83} \cdot 3.6H_2O$
20537	Yutaka Moritomo	80 (2011) 074716	2010A1041	BL01B1	守友 浩	Magnetic Properties of Vacance-Controlled $Na_{3y-2}[Cr(CN)_6]_y zH_2O$
			2010A1042	BL02B2	守友 浩	
20538	Yutaka Moritomo	80 (2011) 103601	2011A1418	BL02B2	守友 浩	Structural Phase Diagram of Mn-Fe Cyanide against Cation Concentration
20725	Ikuto Kawasaki	80 (2011) 124710	2010A3820	BL23SU	川崎 郁斗	Itinerant U 5f Nature in Antiferromagnet $U(Ru_{0.97}Rh_{0.03})_2Si_2$ : Soft X-ray Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy
20764	Yasuhiro Matsuda	81 (2012) 015002	2010A1384	BL39XU	松田 康弘	Valence Fluctuation in $YbAgCu_4$ at High Magnetic Fields

**AIP Conference Proceedings**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
17165	Hironori Nakao	1234 (2010) 935-938	2008B3771	BL22XU	中尾 裕則	X-ray Photon Correlation Spectroscopy Study in Valence Fluctuation Compound $\text{Eu}_3\text{S}_4$
19587	Ryuta Mizutani	1365 (2011) 403-406	2009A1113	BL20XU	水谷 隆太	Building Human Brain Network in 3D Coefficient Map Determined by X-ray Microtomography
			2007B1102	BL20XU	水谷 隆太	
			2007A1844	BL20XU	水谷 隆太	
			2006B1716	BL20XU	水谷 隆太	
19939	Wataru Yashiro	1365 (2010) 317-320	2008B1596	BL20XU	矢代 航	X-ray Phase Imaging and Tomography Using a Fresnel Zone Plate and a Transmission Grating
			2009A1073	BL20XU	矢代 航	
			2009B1083	BL20XU	矢代 航	
19948	Takahisa Koyama	1365 (2011) 24-27	2009B3200	BL24XU	籠島 靖	Development of Multilayer Laue Lenses; (1) Linear Type
19949	Takahisa Koyama	1365 (2011) 100-103	2009B3200	BL24XU	籠島 靖	Development of Multilayer Laue Lenses; (2) Circular Type
20341	Hidekazu Takano	1365 (2011) 297-300	2009B3203	BL24XU	高野 秀和	New Nanoscale Imaging with a Simple Hard X-Ray Nanoslit
			2009A3203	BL24XU	高野 秀和	
			2008B3203	BL24XU	高野 秀和	
20513	Yoshio Suzuki	1365 (2011) 156-159	2009B1419	BL20XU	鈴木 芳生	Correction of Spherical Aberration in Grazing-Incidence by Combination of Spherical-Concave Mirrors
20515	Yoshio Suzuki	1365 (2011) 160-163	2009B1425	BL47XU	鈴木 芳生	Hollow-Cone Illumination for Hard X-ray Imaging Microscopy by Rotating-Grating Condenser Optics
20689	Masato Hoshino	1365 (2011) 250-253	2008B1525	BL20XU	星野 真人	Development of an X-ray Micro-Laminography System at SPring-8

**Journal of the American Chemical Society**

14343	Angiolina Comotti	130 (2008) 13664-13672	2006B1577	BL02B2	北川 進	Nanochannels of Two Distinct Cross-Sections in a Porous Al-Based Coordination Polymer
			2006B1583	BL02B2	松田 亮太郎	
14941	Masaaki Sadakiyo	131 (2009) 9906-9907	2007B1642	BL02B2	山田 鉄兵	Rational Designs for Highly Proton-Conductive Metal-Organic Frameworks
			2008A1624	BL02B2	山田 鉄兵	
			2008B1138	BL02B2	山田 鉄兵	
			2009A1048	BL02B2	山田 鉄兵	
14942	Hisashi Okawa	131 (2009) 13516-13522	2008B1138	BL02B2	山田 鉄兵	Oxalate-Bridged Bimetallic Complexes $\{\text{NH}(\text{pro})_3\}[\text{MCr}(\text{ox})_3]$ ( $\text{M} = \text{Mn}^{\text{II}}, \text{Fe}^{\text{II}}, \text{Co}^{\text{II}}$ ; $\text{NH}(\text{pro})_3^+ = \text{Tri}(3\text{-hydroxypropyl})\text{ammonium}$ ) Exhibiting Coexistent Ferromagnetism and Proton Conduction
			2009A1048	BL02B2	山田 鉄兵	
14999	Takuji Hatakeyama	131 (2009) 11949-11963	2009A1848	BL14B2	畠山 琢次	Highly Selective Biaryl Cross-Coupling Reactions between Aryl Halides and Aryl Grignard Reagents: A New Catalyst Combination of <i>N</i> -Heterocyclic Carbenes and Iron, Cobalt, and Nickel Fluorides
15651	Olga Smirnova	131 (2009) 8313-8317	2008A1670	BL02B2	東 正樹	Synthesis, Crystal Structure and Magnetic Properties of $\text{Bi}_3\text{Mn}_4\text{O}_{12}(\text{NO}_3)$ Oxynitrate Comprising $S = 3/2$ Honeycomb Lattice
17703	Takuji Hatakeyama	132 (2010) 10674-10676	2009B1783	BL14B2	畠山 琢次	Iron-Catalyzed Suzuki-Miyaura Coupling of Alkyl Halides
17704	Kentaro Ishizuka	132 (2010) 13117-13119	2009A1848	BL14B2	畠山 琢次	Nickel-Catalyzed Alkenylative Cross-Coupling Reaction of Alkyl Sulfides
20144	Yoshiyuki Inaguma	133 (2011) 16920-16929	2010B3615	BL14B1	稲熊 宜之	Synthesis, Structural Transformation, Thermal Stability, Valence State, and Magnetic and Electronic Properties of $\text{PbNiO}_3$ with Perovskite- and $\text{LiNbO}_3$ -type Structures
			2010A1669	BL02B2	森 大輔	
20483	Koki Urita	133 (2011) 10344-10347	2007B1471	BL02B2	金子 克美	Confinement in Carbon Nanospace-Induced Production of KI Nanocrystals of High-Pressure Phase
			2008B1362	BL02B2	金子 克美	

ECS Transactions

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
16423	Koji Amezawa	13 (2008) 161-164	2007B1767	BL37XU	雨澤 浩史	Electronic and Local Structures of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_{3-d}$ Studied by In-Situ Micro XAS Measurements
			2007B1554	BL01B1	雨澤 浩史	
16426	Koji Amezawa	25 (2009) 345-348	2008B1844	BL37XU	雨澤 浩史	Investigation on Oxygen Potential Distribution in a $\text{ZrO}_2$ -Based Solid Electrolyte by Using In-Situ Micro XAS Technique
			2009A1733	BL37XU	雨澤 浩史	
			2008B1014	BL37XU	内本 喜晴	
			2009A1010	BL37XU	内本 喜晴	
19880	Hiroaki Yoshida	11 (2007) 1321-1329	2006B1725	BL01B1	内本 喜晴	XAS Study for Degradation Mechanism of PT/C Catalyst during Potential Cycling Test
			2007A1006	BL01B1	内本 喜晴	
20038	Heiji Watanabe	41 (2011) 77-90	2008A3877	BL23SU	渡部 平司	Gate Stack Technologies for SiC Power MOSFETs
			2009A3875	BL23SU	渡部 平司	
			2010A3876	BL23SU	渡部 平司	
20305	Masaharu Oshima	41 (2011) 453-460	2009B7402	BL07LSU	組頭 広志	Synchrotron Radiation Nano-Spectroscopy of Dielectrics for LSI and ReRAM
			2010A7402	BL07LSU	組頭 広志	
			2010B7402	BL07LSU	組頭 広志	
			2011A7402	BL07LSU	組頭 広志	
20644	Tomoyuki Suwa	35 (2011) 115-122	2009B1740	BL27SU	寺本 章伸	Clear Difference between the Chemical Structure of $\text{SiO}_2/\text{Si}$ Interfaces Formed Using Oxygen Radicals versus Oxygen Molecules
20713	Yoshiro Ohgi	41 (2011) 1225-1247	2010A1750	BL19B2	石原 顕光	Factors for Improvements of Catalytic Activity for Zirconium Oxide-Based Oxygen-Reduction Electrocatalysts
			2010B1793	BL19B2	今井 英人	
20714	Masashi Matsumoto	35 (2011) 77-83	2009B1821	BL14B2	石原 顕光	Structural Characterization of ORR Active Surface Niobium Oxides on Partially Oxidized Nb Carbonitrides
			2010A1740	BL14B2	今井 英人	
			2010A1748	BL14B2	石原 顕光	
			2010B1792	BL14B2	今井 英人	
			2010B1888	BL14B2	今井 英人	

Key Engineering Materials

19973	Satoshi Wada	421-422 (2010) 34-37	2008A1656	BL02B2	和田 智志	Phase Diagram and Microstructure Analysis of Barium Titanate – Potassium Niobate System Piezoelectric Ceramics
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
19974	Keisuke Yamato	421-422 (2010) 38-41	2008A1656	BL02B2	和田 智志	Crystal Structure Analysis of Barium Titanate Bismuth Perovskite-type Oxide System Ceramics and Their Piezoelectric Property
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
19975	Shuhei Kondo	421-422 (2010) 506-509	2008A1656	BL02B2	和田 智志	Particle Structure Analysis of High-dispersed Barium Titanate Nanoparticles from Barium Titanate Oxalate Nanoparticles and Their Dielectric Properties
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
19976	Keisuke Yamato	445 (2010) 23-26	2008B1796	BL02B2	和田 智志	Crystal Structure Analysis of High $T_C$ Barium Titanate- Bismuth Perovskite-Type Oxide System Ceramics and Their Piezoelectric Property
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
19977	Shuhei Kondo	445 (2010) 171-174	2008A1656	BL02B2	和田 智志	Preparation of Barium Titanate Nanoparticles by Particle Growth Control
			2009A0084	BL02B2	久保田 佳基	
20519	Kosuke Suzuki	497 (2012) 8-12	2010B1542	BL08W	鈴木 宏輔	Observation of Magnetic Compton Profile of Interface Controlled Co/Pd Multilayer
20745	Takayuki Goto	485 (2011) 305-308	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Preparation of Barium Titanate/Strontium Titanate Multilayered Nanoparticles
20746	Shigehito Shimizu	485 (2011) 89-92	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Microstructure Control of Barium Titanate – Potassium Niobate Solid Solution System Ceramics by MPB Engineering and Their Piezoelectric Properties



Applied Physics Letters

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19979	Shunji Yoshida	99 (2011) 131909	2009B1745	BL13XU	横川 俊哉	Evidence of Lattice Tilt and Slip in m-plane InGaN/GaN Heterostructure
			2010B1718	BL13XU	横川 俊哉	
20156	Siham Ouardi	99 (2011) 152112	2011A1464	BL47XU	Fecher Gerhard	Transport and Thermal Properties of Single- and Polycrystalline NiZr <sub>0.5</sub> Hf <sub>0.5</sub> Sn
20317	Takashi Kataoka	99 (2011) 132508	2008A3825	BL23SU	藤森 伸一	Ferromagnetism in ZnO Co-doped with Mn and N Studied by Soft X-ray Magnetic Circular Dichroism
20480	Yoshitaka Ehara	99 (2011) 182906	2010A1634	BL13XU	Valanoor Nagarajan	Ultrafast Switching of Ferroelastic Nanodomains in Bilayered Ferroelectric Thin Films
20594	Xeniya Kozina	99 (2011) 221908	2010A0017	BL47XU	Felser Claudia	Electronic Structure and Symmetry of Valence States of Epitaxial NiTiSn and NiZr <sub>0.5</sub> Hf <sub>0.5</sub> Sn Thin Films by Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy
			2011A1464	BL47XU	Fecher Gerhard	
20606	Xavier Biquard	98 (2011) 231907	2010B1107	BL01B1	Hyt Berangere	Effect of Doping on Global and Local Order in Crystalline GeTe
20741	Ichiro Fujii	99 (2011) 202902	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Enhanced Piezoelectric Response of BaTiO <sub>3</sub> - KNbO <sub>3</sub> Composites
			2011A1667	BL02B2	和田 智志	

The Journal of Biological Chemistry

15228	Takao Naganuma	285 (2010) 4747-4756	2007A1063	BL41XU	姚 閔	Structural Basis for Translation Factor Recruitment to the Eukaryotic/Archaeal Ribosomes
19400	Kousuke Matsumoto	286 (2011) 15403-15412	2009B1117	BL38B1	村岡 真	Critical Roles of Interactions among Switch I-preceding Residues and between Switch II and its Neighboring $\alpha$ -helix in Conformational Dynamics of the GTP-bound Ras Family Small GTPases
20155	Takashi Hirano	286 (2011) 37496-37502	2009A6937	BL44XU	水島 恒裕	Conformational Dynamics of Wild-type Lys48-linked Diubiquitin in Solution
20298	Phimonphan Chuankhayan	285 (2010) 23251-23264	2010A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	Crystal Structures of <i>Aspergillus japonicus</i> Fructosyltransferase Complex with Donor/Acceptor Substrates Reveal Complete Subsites in the Active Site for Catalysis
			2008A4009	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008B4006	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009B4002	BL12B2	Chen Chun Jung	
20299	Yin-cheng Hsieh	285 (2010) 31603-31615	2010A4010	BL12B2	Chen Chun Jung	Crystal Structures of <i>Bacillus cereus</i> NCTU2 Chitinase Complexes with Chitooligomers Reveal Novel Substrate Binding for Catalysis: A Chitinase without Chitin-Binding and Insertion Domains
			2008A4009	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008B4006	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009B4002	BL12B2	Chen Chun Jung	
20637	Hirota Tajima	286 (2011) 42200-42210	2006B1650	BL38B1	今田 勝巳	Ligand Specificity Determined by Differentially Arranged Common Ligand-binding Residues in Bacterial Amino Acid Chemoreceptors Tsr and Tar
			2006B2650	BL41XU	今田 勝巳	
			2006A1726	BL38B1	今田 勝巳	
			2006A2726	BL41XU	今田 勝巳	
			2005A0159	BL41XU	今田 勝巳	
20687	Shunichi Tanaka	282 (2007) 8246-8255	2005B1766	BL41XU	金谷 茂則	Crystal Structure of Unautoprocessed Precursor of Subtilisin from a Hyperthermophilic Archaeon: Evidence for Ca <sup>2+</sup> -induced Folding

## Journal of Applied Physics

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19670	Konstantin Litasov	108 (2010) 053513	2007B1570	BL04B1	大谷 栄治	Pressure-Volume-Temperature Equation of State of Tungsten Carbide to 32 GPa and 1673 K
19950	Hosiyar Mund	110 (2011) 073914	2010B1394	BL08W	Ahuja Babulal	Investigation of Orbital Magnetization in Inverse Spinel Cobalt Ferrite using Magnetic Compton Scattering
20379	Kuniaki Arai	110 (2011) 084306	2007B2007	BL25SU	木下 豊彦	Direct Observation of Spin Configuration in an Exchange Coupled Fe/NiO(100) System by X-ray Magnetic Circular- and Linear- Dichroism Photoemission Electron Microscope
			2008A1726	BL25SU	新井 邦明	
			2008A2052	BL25SU	木下 豊彦	
20567	Wataru Yashiro	110 (2011) 102210	2007A1695	BL09XU	矢代 航	<i>In situ</i> Observation of X-ray Irradiation Effect by Using a Multiwave X-ray Diffraction Phenomenon
			2007B1076	BL09XU	矢代 航	
			2008A1466	BL09XU	矢代 航	
			2009A1072	BL09XU	矢代 航	
			2001A0154	BL09XU	高橋 敏男	
			2001B0343	BL09XU	高橋 敏男	
20571	Tadashi Matsushita	110 (2011) 102209	2009B1941	BL28B2	木村 滋	Quick Measurement of Crystal Truncation Rod Profiles in Simultaneous Multi-wavelength Dispersive Mode
20585	Takuo Sasaki	110 (2011) 113502	2009A3573	BL11XU	山口 真史	X-ray Reciprocal Space Mapping of Dislocation-Mediated Strain Relaxation during InGaAs/GaAs(001) Epitaxial Growth
			2009B3571	BL11XU	山口 真史	

## Journal of Materials Chemistry

19857	Yuki Orikasa	21 (2011) 14013-14019	2006A1693	BL01B1	内本 喜晴	Local Structural Analysis for Oxide Ionic Transport in $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{FeO}_{3-\delta}$ Cathodes
			2009A1507	BL01B1	内本 喜晴	
19881	Toyoki Okumura	21 (2011) 10051-10060	2007B1592	BL37XU	内本 喜晴	Depth-resolved X-ray Absorption Spectroscopic Study on Nanoscale Observation of the Electrode-Solid Electrolyte Interface for All Solid State Lithium Ion Batteries
			2008A1579	BL37XU	内本 喜晴	
			2009A1019	BL01B1	福塚 友和	
			2008B1009	BL37XU	福塚 友和	
			2009A1009	BL37XU	福塚 友和	
19883	Toyoki Okumura	21 (2011) 10195-10205	1998A0032	BL01B1	内本 喜晴	Effect of Average and Local Structures on Lithium Ion Conductivity in $\text{La}_{2/3-x}\text{Li}_{3x}\text{TiO}_3$
			2000A0091	BL01B1	内本 喜晴	
			2003A0104	BL01B1	内本 喜晴	
			1998A0032	BL01B1	内本 喜晴	
19885	Toyoki Okumura	21 (2011) 10061-10068	2000A0091	BL01B1	内本 喜晴	Improvement of Lithium Ion Conductivity for A-site Disordered Lithium Lanthanum Titanate Perovskite Oxides by Fluoride Ion Substitution
			2003A0104	BL01B1	内本 喜晴	
			2003A0104	BL01B1	内本 喜晴	
20349	Hirokazu Fukidome	21 (2011) 17242-17248	2010B1712	BL17SU	吹留 博一	Control of Epitaxy of Graphene by Crystallographic Orientation of a Si Substrate toward Device Applications
			2009B1735	BL17SU	吹留 博一	
			2009A3876	BL23SU	末光 真希	
			2009B3875	BL23SU	末光 真希	
20498	Toyoki Okumura	21 (2011) 15369-15377	2009A1507	BL01B1	内本 喜晴	Electronic and Local Structural Changes with Lithium-Ion Insertion in $\text{TiO}_2\text{-B}$ : X-ray Absorption Spectroscopy Study

## Journal of Physics: Conference Series

19079	Hiroyuki Kagi	215 (2010) 012052	2009A1428	BL43IR	鍵 裕之	Infrared Absorption Spectra of $\delta$ -AlOOH and its Deuteride at High Pressure and its Implication to Pressure Response of the Hydrogen Bonds
19451	Yoshifumi Sakaguchi	294 (2011) 012004	2010A1375	BL04B2	坂口 佳史	Structure of Glasses for $^3\text{He}$ Neutron Spin Filter Cells
19930	Syuhei Torigoe	320 (2011) 012078	2009B3608	BL14B1	松村 大樹	X-ray Absorption Spectra in Pyrochlore Niobates
			2010A3611	BL14B1	松村 大樹	
			2010A3614	BL14B1	花咲 徳亮	
19971	Kenji Ohwada	320 (2011) 012086	2010B3713	BL22XU	大和田 謙二	X-ray Photon Correlation Spectroscopy of Structural Fluctuations in Relaxor Ferroelectrics PZN-9%PT
			2010A3713	BL22XU	大和田 謙二	
20780	Akinori Irizawa	150 (2009) 042070	2007A1129	BL43IR	入澤 明典	Observation of Charge Ordering State in $\text{LiV}_2\text{O}_4$ Investigated by Optical Study
			2007B1101	BL43IR	入澤 明典	
			2006B1406	BL43IR	入澤 明典	
20781	Akinori Irizawa	200 (2010) 012068	2007A1129	BL43IR	入澤 明典	Optical Study on Strongly Correlated Electron System $\text{LiV}_2\text{O}_4$
			2007B1101	BL43IR	入澤 明典	

### Chemistry Letters

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
14943	Shota Morikawa	38 (2009) 654-655	2009A1048	BL02B2	山田 鉄兵	Crystal Structure and Proton Conductivity of a One-dimensional Coordination Polymer, {Mn(DHBQ)H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> }
14968	Tomoo Mizugaki	38 (2009) 1118-1119	2008A1816	BL14B2	高木 由紀夫	Controlled Synthesis of Pd Clusters in Subnanometer Range Using Poly(propylene imine) Dendrimers
			2008A1521	BL28B2	金田 清臣	
			2008B1956	BL14B2	金田 清臣	
			2009A1856	BL14B2	高木 由紀夫	
2009A1860	BL14B2	金田 清臣				
16983	Yu Horiuchi	37 (2008) 748-749	2008A1457	BL01B1	森 浩亮	Preparation of Superhydrophilic Mesoporous Silica Thin Films Containing Single-site Photocatalyst (Ti, V, Cr, Mo, and W Oxide Moieties)
20631	Zen Maeno	40 (2011) 180-181	2010A1788	BL14B2	金田 清臣	Subnanoscale Size Effect of Dendrimer-encapsulated Pd Clusters on Catalytic Hydrogenation of Olefin
			2010A1781	BL14B2	高木 由紀夫	
			2009B1854	BL14B2	高木 由紀夫	
			2009B1506	BL01B1	金田 清臣	
			2009A1860	BL14B2	金田 清臣	
2009A1856	BL14B2	高木 由紀夫				
20636	Takuma Matsuo	40 (2011) 1340-1342	2010A1432	BL40B2	櫻井 和朗	Quaternary-ammonium-bearing Aromatic Surfactants: Effect of the Alkyl Chain Positions on Their Micelle and DNA-complex Structures

### Journal of Physics: Condensed Matter

14901	Junji Saida	21 (2009) 375104	2007B1082	BL01B1	真田 貴志	Evaluation of the Local Environment for Nanoscale Quasicrystal Formation in Zr <sub>80</sub> Pt <sub>20</sub> Glassy Alloy using Voronoi Analysis
19822	Yasuhiro Yoneda	23 (2011) 015902	2010A3608	BL14B1	米田 安宏	Electronic and Local Structures of BiFeO <sub>3</sub> Films
			2010B3608	BL14B1	米田 安宏	
20146	Norikazu Ohshima	23 (2011) 382202	2009B1834	BL17SU	大嶋 則和	Real Space Observation of Current-Induced Magnetic Domain Wall Displacement in Co/Ni Nano-Wire by Photoemission Electron Microscopy
			2010A1729	BL17SU	大嶋 則和	
			2010B1813	BL17SU	大嶋 則和	
			2011A1698	BL17SU	谷川 博信	
20762	Janne Kalikka	24 (2012) 015802	2009A1485	BL04B2	臼杵 毅	Amorphous Ge <sub>15</sub> Te <sub>85</sub> : Density Functional, High-Energy X-ray and Neutron Diffraction Study
			2006A1248	BL08W	臼杵 毅	
20794	Junji Saida	23 (2011) 175303	2007B1082	BL01B1	真田 貴志	Change in Local Environment upon Quasicrystallization of Zr-Cu Glassy Alloys by Addition of Pd and Pt

### FEBS Letters

19886	Toshiaki Hamanaka	585 (2011) 2735-2738	2007A1524	BL40B2	浜中 俊明	Luciferase Activity of the Intracellular Microcrystal of the Firefly Squid, <i>Watasenia scintillans</i>
20748	Clement Angkawidjaja	581 (2007) 5060-5064	2007A1336	BL38B1	金谷 茂則	Crystal Structure of a Family I.3 Lipase from <i>Pseudomonas</i> sp. MIS38 in a Closed Conformation
20751	Shunichi Tanaka	582 (2008) 3875-3878	2008A1106	BL38B1	金谷 茂則	Crystal Structure of Tk-subtilisin Folded without Propeptide: Requirement of Propeptide for Acceleration of Folding
20753	Seiko Miyashita	585 (2011) 2313-2317	2009A1357	BL38B1	金谷 茂則	Identification of the Substrate Binding Site in the N-terminal TBP-like domain of RNase H3

### Geophysical Research Letters

14702	Hidetoshi Asanuma	35 (2008) L12307	2007A1678	BL10XU	大谷 栄治	Phase Relations of Fe-Si Alloy up to Core Conditions: Implications for the Earth Inner Core
			2007B1562	BL10XU	大谷 栄治	
			2007A1731	BL10XU	寺崎 英紀	
19416	Masayuki Nishi	37 (2010) L09305	2008A1716	BL04B1	西 真之	Survival of Majoritic Garnet in Diamond by Direct Kimberlite Ascent from Deep Mantle
			2008B1556	BL04B1	久保 友明	
			2009A1555	BL04B1	久保 友明	
19797	Kyusei Tsuno	34 (2007) L17303	2006A1544	BL04B1	大谷 栄治	In situ Observation and Determination of Liquid Immiscibility in the Fe-O-S Melt at 3 GPa Using a Synchrotron X-ray Radiographic Technique
			2006B1313	BL04B1	朝原 友紀	
			2007A1096	BL04B1	寺崎 英紀	
20251	Kei Hirose	37 (2010) L20302	2009A0087	BL10XU	廣瀬 敬	Deformation of MnGeO <sub>3</sub> Post-perovskite at Lower Mantle Pressure and Temperature
			2009B0087	BL10XU	廣瀬 敬	

## IOP Conference Series: Materials Science and Engineering

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19860	Kazuo Soda	18 (2011) 142004	2007A1142	BL25SU	曾田 一雄	Origin of Large Thermoelectric Power in Off-stoichiometric Fe <sub>2</sub> VAl-based Alloys
			2009A1672	BL27SU	曾田 一雄	
			2009B1729	BL27SU	曾田 一雄	
			2010A1631	BL27SU	曾田 一雄	
20207	Yohei Onodera	18 (2011) 022012	2009A1644	BL04B2	小野寺 陽平	Reverse Monte Carlo Modeling of Atomic Configuration for Li <sub>2</sub> S-P <sub>2</sub> S <sub>5</sub> Superionic Glasses
20318	Yuya Shinohara	24 (2011) 012005	2006A1570	BL40XU	篠原 佑也	Observation of Filler Dynamics in Rubber with X-ray Photon Correlation Spectroscopy
			2006B1679	BL40XU	篠原 佑也	
			2007A1797	BL40XU	篠原 佑也	
			2007B1060	BL40XU	篠原 佑也	
20743	Atsushi Shimamura	18 (2011) 092057	2010B1725	BL02B2	和田 智志	Preparation of Single Phase Bismuth Niobium Based Perovskite-type Oxides

## Journal of Alloys and Compounds

19887	Tatsuo Noritake	491 (2010) 57-62	2007A1454	BL02B2	則竹 達夫	Crystal Structure and Charge Density Analysis of Ca(BH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>
			2006B0127	BL02B2	則竹 達夫	
19890	Tatsuo Noritake	509 (2011) 7553-7558	2005B0897	BL19B2	則竹 達夫	Crystal Structure Change in the Dehydrogenation Process of the Li-Mg-N-H System
			2007B1851	BL19B2	則竹 達夫	
19929	Daiju Matsumura	509 (2011) S849-S852	2008B3618	BL14B1	松村 大樹	Fast and Real-time Observation of Hydrogen Absorption Kinetics for Palladium Nanoparticles
			2009A3618	BL14B1	松村 大樹	
			2009B1268	BL28B2	松村 大樹	
			2009B3606	BL14B1	松村 大樹	
			2010A3610	BL14B1	松村 大樹	
20795	Junji Saida	509S (2011) S27-S33	2007B1082	BL01B1	真田 貴志	Atomic Structure of Nanoscale Quasicrystal-Forming Zr-noble Metal Binary Metallic Glasses

## The Journal of Physical Chemistry C

20467	Kohsuke Mori	115 (2011) 21358-21362	2011A1092	BL01B1	森 浩亮	Photo-Induced Aerobic Oxidation Driven by Phosphorescence Ir(III) Complex Anchored to Mesoporous Silica
			2010B1098	BL01B1	森 浩亮	
20501	Toyoki Okumura	115 (2011) 12990-12994	2010B1036	BL14B2	内本 喜晴	Lithium-Ion Transfer Reaction at the Interface between Partially Fluorinated Insertion Electrodes and Electrolyte Solutions
20712	Eva Cespedes	115 (2011) 24092-24101	2010A1628	BL39XU	Prieto Carlos	On the Origin of the Magnetism of Mn-Zn-O Systems: Structural, Electronic, and Magnetic Study of Exotic MnO <sub>2-δ</sub> /ZnO Thin Films
			2010B0024	BL39XU	Chaboy Jesus	
			2009B0024	BL39XU	Chaboy Jesus	
20765	Hiroyuki Asakura	115 (2011) 23653-23663	2007A1805	BL01B1	山添 誠司	Structural Analysis of Group V, VI, and VII Metal Compounds by XAFS
			2008A1147	BL01B1	宍戸 哲也	

## Journal of Synchrotron Radiation

19877	Yoshiharu Uchimoto	8 (2001) 857-859	1999A0308	BL01B1	内本 喜晴	EXAFS Study of Crystal Structures of (Ba <sub>1-x</sub> La <sub>x</sub> ) <sub>2</sub> In <sub>2</sub> O <sub>5+x</sub> and Their Oxide Ion Conductivity
20160	Takayuki Muro	18 (2011) 879-884	2009B2110	BL25SU	室 隆桂之	Development of a Soft X-ray Angle-resolved Photoemission System Applicable to 100-μm Crystals
			2010A1972	BL25SU	室 隆桂之	
20204	Hajime Tanida	18 (2011) 919-922	2010B1028	BL01B1	小久見 善八	<i>In situ</i> Two-Dimensional Imaging Quick-Scanning XAFS with Pixel Array Detector
20831	Hiroshi Oji	19 (2012) 54-59	2009B2132	BL14B2	陰地 宏	Automatic XAFS Measurement System Developed at BL14B2 in SPring-8
			2010A1955	BL14B2	陰地 宏	
			2009B2134	BL14B2	谷口 陽介	

**Physics of the Earth and Planetary Interiors**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19802	Kyusei Tsuno	160 (2007) 75-85	2006A1544	BL04B1	大谷 栄治	Immiscible Two-Liquid Regions in the Fe-O-S System at High Pressure: Implications for Planetary Cores
19806	Asami Sano	159 (2006) 118-126	2005B0382	BL04B1	大谷 栄治	In situ X-ray Diffraction Study on the Effect of Water on the Garnet-Perovskite Transformation in MORB and Implications for the Penetration of Oceanic Crust into the Lower Mantle
			2004B0644	BL04B1	大谷 栄治	
			2002B0566	BL04B1	大谷 栄治	
			2002A0298	BL04B1	大谷 栄治	
20250	Ryuichi Nomura	183 (2010) 104-109	2009A0087	BL10XU	廣瀬 敬	Precise Determination of Post-stishovite Phase Transition Boundary and Implications for Seismic Heterogeneities in the Mid-lower Mantle
20785	Masayuki Nishi	189 (2011) 47-55	2008A1716	BL04B1	西 真之	Exsolution Kinetics of Majoritic Garnet from Clinopyroxene in Subducting Oceanic Crust

**Acta Crystallographica Section A**

20715	Kouhei Okitsu	67 (2011) 550-556	2004A0330	BL09XU	沖津 康平	Polarization-Dependent X-ray Six-Beam Pinhole Topographs for a Channel-Cut Silicon Crystal
20716	Kouhei Okitsu	67 (2011) 557-558	2004A0330	BL09XU	沖津 康平	On the Polarization State of X-rays Generated Using a Rotating Four-Quadrant X-ray Phase Retarder System
20717	Kouhei Okitsu	67 (2011) 559-560	2004A0330	BL09XU	沖津 康平	Computer-Simulated X-ray Three-Beam Pinhole Topographs for Spherical Silicon Crystals

**Biochemistry**

18263	Kosuke Inomata	47 (2008) 3266-3271	2007A1689	BL38B1	大木 出	Kinetic and Thermodynamic Evidence for Flipping of a Methyl-CpG Binding Domain on Methylated DNA
20570	Wakaba Iwasaki	50 (2011) 7822-7832	2009B1612	BL41XU	胡桃坂 仁志	Comprehensive Structural Analysis of Mutant Nucleosomes Containing Lysine to Glutamine (KQ) Substitutions in the H3 and H4 Histone-Fold Domains
20749	Yuki Takeuchi	48 (2009) 10637-10643	2007B1119	BL38B1	金谷 茂則	Requirement of a Unique Ca <sup>2+</sup> -binding Loop for Folding of Tk-subtilisin from a Hyperthermophilic Archaeon

**Chemical Communications**

13971	Takuji Hatakeyama	(2009) 1216-1218	2008B1873	BL14B2	中村 正治	Iron-Catalysed Fluoroaromatic Coupling Reactions under Catalytic Modulation with 1,2-Bis(diphenylphosphino) benzene
16943	Kotaro Fujii	46 (2010) 4264-4266	2006B0129	BL19B2	寺田 勝英	Selective Transformation Pathways between Crystalline Forms of an Organic Material Established from Powder X-ray Diffraction Analysis
20787	Tomohiro Seki	47 (2011) 12447-12449	2011A1638	BL02B2	矢貝 史樹	Solution Processable Hydrogen-Bonded Perylene Bisimide Assemblies Organizing into Lamellar Architectures

**Chemistry - A European Journal**

18783	Tomohiro Seki	17 (2011) 3598-3608	2011A1638	BL02B2	矢貝 史樹	Rational Construction of Perylene Bisimide Columnar Superstructures with Biased Helical Sense
20345	Hai-Long Jiang	17 (2011) 78-81	2009B1007	BL14B2	春田 正毅	Ultrafine Gold Clusters Incorporated into a Metal–Organic Framework
20590	Ichiro Hisaki	Online published (2011)	2009B1969	BL38B1	久木 一朗	Construction of 1D $\pi$ -Stacked Superstructures with Inclusion Channels through Symmetry-Decreasing Crystallization of Discotic Molecules of C <sub>3</sub> Symmetry
			2010A1427	BL38B1	久木 一朗	
			2010B1861	BL19B2	藤内 謙光	
			2010B1929	BL19B2	藤内 謙光	



## Crystal Growth &amp; Design

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20295	Ming Chi Yang	8 (2008) 4268-4276	2008B4006	BL12B2	Chen Chun Jung	Rational Design for Crystallization of $\beta$ -Lactoglobulin and Vitamin D <sub>3</sub> Complex: Revealing a Secondary Binding Site
			2007A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2007A4014	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2007B4007	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008A4001	BL12B2	Chen Chun Jung	
20591	Ichiro Hisaki	Online published (2011)	2009B2115	BL38B1	久木 一朗	Polymorphism of Dehydrobenzo[14]annulene Possessing Two Methyl Ester Groups in Noncentrosymmetric Positions
			2010A1427	BL38B1	久木 一朗	
20592	Ichiro Hisaki	11 (2011) 4652-4659	2010B1370	BL38B1	久木 一朗	Deoxycholamide Crystalline Frameworks as a Platform of Highly-Efficient Fluorescence Materials
			2011A1341	BL38B1	久木 一朗	

## The FEBS Journal

20737	Yuichi Koga	275 (2008) 2632-2643	2006A1733	BL38B1	金谷 茂則	Crystal Structure of Highly Thermostable Glycerol Kinase from a Hyperthermophilic Archaeon in a Dimeric Form
			2006B1641	BL38B1	金谷 茂則	
			2006A6812	BL44XU	金谷 茂則	
20755	Muhammad Rohman	276 (2009) 603-613	2008A6909	BL44XU	金谷 茂則	Destabilization of Psychrotrophic RNase HI in a Localized Fashion as Revealed by Mutational and X-ray Crystallographic Analyses
20758	Mitsuru Haruki	274 (2007) 5815-5825	2006B1641	BL38B1	金谷 茂則	Structural and Thermodynamic Analyses of <i>Escherichia coli</i> RNase HI Variant with Quintuple Thermostabilizing Mutations

## Advances in X-Ray Analysis

20180	Jun Kikuma	54 (2011) 53-59	2008B1864	BL19B2	松野 信也	Development of an <i>in situ</i> X-ray Diffraction System for Hydrothermal Reactions and Its Application to Autoclaved Aerated Concrete Formation
			2009B1788	BL19B2	松野 信也	
20181	Kunio Matsui	54 (2011) 60-66	2008B1864	BL19B2	松野 信也	<i>In situ</i> Time-Resolved X-ray Diffraction of Tobermorite Formation Process under Hydrothermal Condition: Influence of Reactive Al Compound
			2009B1788	BL19B2	松野 信也	

## American Mineralogist

19859	Satoshi Mitsunobu	96 (2011) 1171-1181	2009A1243	BL37XU	高橋 嘉夫	Identification and Characterization of Nanosized Triphuyite in Soil Near Sb Mine Tailings
			2009A1571	BL01B1	光延 聖	
			2009B1575	BL01B1	光延 聖	
			2008A1463	BL37XU	高橋 嘉夫	
20485	Takaaki Kawazoe	96 (2011) 1665-1672	2010A0082	BL04B1	入船 徹男	In situ Stress-Strain Measurements in a Deformation-DIA Apparatus at <i>P-T</i> Conditions of the Upper Part of the Mantle Transition Zone
			2010B0082	BL04B1	入船 徹男	

## Angewandte Chemie International Edition

14344	Daisuke Tanaka	47 (2008) 3914-3918	2006A0185	BL02B2	北川 進	Kinetic Gate-Opening Process in a Flexible Porous Coordination Polymer
20821	Naoaki Hayashi	50 (2011) 12547-12550	2009B4910	BL15XU	陰山 洋	BaFeO <sub>3</sub> : A Ferromagnetic Iron Oxide
			2010A4900	BL15XU	陰山 洋	
			2010B4904	BL15XU	小林 洋治	
			2011A4902	BL15XU	Tassel Cedric	

### Applied Physics Express

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19193	Akane Agui	4 (2011) 083002	2007A1360	BL08W	安居院 あかね	Microscopic Magnetization Process in Tb <sub>43</sub> Co <sub>57</sub> Film by Magnetic Compton Scattering
			2008B1643	BL08W	安居院 あかね	
20359	Hirokazu Fukidome	4 (2011) 115104	2010A3875	BL23SU	末光 眞希	Controls over Structural and Electronic Properties of
			2010B3878	BL23SU	末光 眞希	Epitaxial Graphene on Silicon Using Surface
			2010B1712	BL17SU	吹留 博一	Termination of 3C-SiC(111)/Si

### Biochemical and Biophysical Research Communications

20162	Yoshiyuki Matsuura	414 (2011) 373-378	2009A2000	BL41XU	松浦 能行	Sensing Actin Dynamics: Structural Basis for G-actin- sensitive Nuclear Import of MAL
			2009B1077	BL41XU	松浦 能行	
			2010A1043	BL41XU	松浦 能行	
			2010B1072	BL41XU	松浦 能行	
			2011A1093	BL41XU	松浦 能行	
20290	Chun Jung Chen	349 (2006) 79-90	2006B4132	BL12B2	Chen Chun Jung	Crystal Structure of Rubredoxin from <i>Desulfovibrio</i> <i>gigas</i> to Ultra-high 0.68 Å Resolution
			2005B4125	BL12B2	Chen Chun Jung	

### Chemical Geology

19785	Eiji Ohtani	265 (2009) 279-288	2008B3726	BL22XU	大谷 栄治	Melting Relations and the Equation of State of Magmas at High Pressure: Application to Geodynamics
19928	Brent Poe	229 (2006) 2-9	2005B0375	BL04B1	寺崎 英紀	High-Temperature Viscosity Measurements of Hydrus Albite Liquid using in-situ Falling-Sphere Viscometry at 2.5 GPa

### Chemistry of Materials

20011	Alexei Belik	23 (2011) 4505-4514	2009A1136	BL02B2	Belik Alexei	Structure and Magnetic Properties of BiFe <sub>0.75</sub> Mn <sub>0.25</sub> O <sub>3</sub> Perovskite Prepared at Ambient and High Pressure
			2010A1215	BL02B2	Belik Alexei	
20473	Seiji Yamazoe	23 (2011) 4498-4504	2010A1499	BL28B2	山添 誠司	Synthetic Mechanism of Perovskite-Type KNbO <sub>3</sub> by Modified Solid-Stat Reaction Process
			2009A1593	BL37XU	山添 誠司	
			2009A1401	BL28B2	山添 誠司	
			2008B1101	BL01B1	山添 誠司	

### Inorganic Chemistry

17144	Takuya Kurahashi	49 (2010) 6664-6672	2007A1090	BL01B1	倉橋 拓也	Unique Properties and Reactivity of High-Valent Manganese–Oxo versus Manganese–Hydroxo in the Salen Platform
19465	Biao Zhou	46 (2010) 6740-6747	2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	Single-Component Molecular Conductor [Cu(tmdt) <sub>2</sub> ] Containing an Antiferromagnetic Heisenberg Chain

### International Journal of Hydrogen Energy

20309	Sanjay Kumar Singh	36 (2011) 11794-11801	2010B1006	BL14B2	春田 正毅	Nickel-Paradium Nanoparticles Catalyzed Hydrogen Generation from Hydrus Hydrazine for Chemical Hydrogen Storage
20634	Yong-Jun Liu	36 (2011) 12902-12908	2010B1469	BL02B2	加納 博文	Hydrogen Absorption Enhancement of Nanocrystalline Li <sub>3</sub> N/Li <sub>2</sub> C <sub>2</sub> Composite

### ISIJ International

15099	Hidenori Terasaki	48 (2008) 1752-1757	2006B0205	BL46XU	小薄 孝裕	Analysis of Inclusion Core under the Weld Pool of High Strength and Low Alloy Steel
			2007A1926	BL01B1	寺崎 秀紀	
19075	Hideyuki Yasuda	51 (2011) 402-408	2009B0014	BL20B2	安田 秀幸	Development of X-ray Imaging for Observing Solidification of Carbon Steels
			2009A0014	BL20B2	安田 秀幸	
			2008B0014	BL20B2	安田 秀幸	
			2008A0014	BL20B2	安田 秀幸	
			2007B0014	BL20B2	安田 秀幸	
			2007A0014	BL20B2	安田 秀幸	
2009B1532	BL20XU	安田 秀幸				

## The Journal of Biochemistry

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
15419	Haruko Sakurama	145 (2009) 555-563	2007B1418	BL38B1	三上 文三	Two Crystal Structure of Lysyl-tRNA Synthetase from <i>Bacillus stearothermophilus</i> in Complex with Lysyladenylate-Like Compounds: Insights into the Irreversible Formation of the Enzyme-Bound Adenylate of L-lysine Hydroxamate
19981	Tetsuya Abe	150 (2011) 403-409	2008A1866	BL40B2	岡 俊彦	StHsp14.0, a Small Heat Shock Protein of <i>Sulfolobus tokodaii</i> Strain 7, Protects Denatured Proteins from Aggregation in the Partially Dissociated Conformation
			2008B1977	BL40B2	岡 俊彦	
			2009A1874	BL40B2	岡 俊彦	
			2009B1921	BL40B2	岡 俊彦	

## Materials Research Society Symposia Proceedings

20369	Akitoshi Mizuno	1152E (2009) TT03-06	2006A1172	BL04B2	水野 章敏	Liquid Structures of Metallic Glass-forming Binary Zr Alloys
			2007A1145	BL04B2	水野 章敏	
			2006B1069	BL04B2	水野 章敏	
20370	Toshihiko Akimoto	1152E (2009) TT01-04	2007B1352	BL04B2	水野 章敏	Solidification of Bulk Metallic Glass-forming Alloys Observed by Time-resolved X-ray Diffraction Combined with Levitation Technique
			2008B1536	BL04B2	水野 章敏	

## Materials Science Forum

20025	Heiji Watanabe	679-680 (2011) 386-389	2008A3877	BL23SU	渡部 平司	Energy Band Structure of SiO <sub>2</sub> /4H-SiC Interfaces and its Modulation Induced by Intrinsic and Extrinsic Interface Charge Transfer
			2009A3875	BL23SU	渡部 平司	
			2010A3876	BL23SU	渡部 平司	
20220	Yoshiaki Akiniwa	652 (2010) 290-295	2008A3612	BL14B1	桐山 幸治	Strain Measurement near Fatigue Crack in Ultrafine-Grained Steel by Polychromatic Synchrotron Radiation

## Nucleic Acids Research

20301	Takao Arimori	39 (2011) 8972-8983	2007A2103	BL41XU	山縣 ゆり子	Diverse Substrate Recognition and Hydrolysis Mechanisms of Human NUDT5
			2007A6936	BL44XU	山縣 ゆり子	
			2007B1523	BL41XU	山縣 ゆり子	
			2009A6929	BL44XU	中村 照也	
20543	Akira Hirata	39 (2011) 9376-9389	2008B2177	BL38B1	平田 章	Cleavage of Intron from the Standard or Non-Standard Position of the Precursor tRNA by the Splicing Endonuclease of <i>Aeropyrum pernix</i> , a Hyper-Thermophilic Crenarchaeon, Involves a Novel RNA Recognition Site in the Crenarchaea Specific Loop
			2009B1125	BL38B1	平田 章	
			2010A1263	BL41XU	堀 弘幸	

## Optics Express

19812	Sebastien Harasse	19 (2011) 16560-16573	2010A1164	BL20XU	百生 敦	Iterative Reconstruction in X-ray Computed Laminography from Differential Phase Measurements
20175	Kaye Morgan	19 (2011) 19781-19789	2011A1590	BL20XU	Morgan Kaye	Quantitative Single-Exposure X-ray Phase Contrast Imaging using a Single Attenuation Grid
			2010B1137	BL20XU	Donnelley Martin	

## Organic Letters

15000	Takuji Hatakeyama	11 (2009) 4496-4499	2009A1848	BL14B2	畠山 琢次	Iron-Catalyzed Negishi Coupling Toward an Effective Olefin Synthesis
20788	Takuji Hatakeyama	13 (2011) 2130-2133	2009B1785	BL19B2	畠山 琢次	Tandem Phospha-Friedel-Crafts Reaction Toward Curved $\pi$ -Conjugated Frameworks with A Phosphorus Ring Junction

**Physical Chemistry Chemical Physics**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20465	Kohsuke Mori	13 (2011) 15821-15824	2010A1540	BL01B1	森 浩亮	Size Controlled Deposition of Ag Nanoparticles on Alumina by the Assist of Photo-induced Chromic Reaction and Study of Their Catalysis
20701	Junya Ohyama	13 (2011) 11128-11135	2009A1663	BL40XU	大山 順也	An <i>in situ</i> Quick XAFS Spectroscopy Study on the Formation Mechanism of Small Gold Nanoparticles Supported by Porphyrin-Cored Tetradentate Passivants
			2009B1712	BL40XU	大山 順也	

**Physical Review Letters**

20302	Iina Juurinen	107 (2011) 197401	2006A0201	BL08W	中原 光一	Measurement of Two Solvation Regimes in Water-Ethanol Mixtures Using X-ray Compton Scattering
			2007A1378	BL08W	中原 光一	
20633	Jun Fujii	107 (2011) 187203	2009B4903	BL15XU	Panaccione Giancarlo	Identification of Different Electron Screening Behavior Between the Bulk and Surface of (Ga,Mn)As
			2010B4900	BL15XU	Panaccione Giancarlo	

**Physics and Chemistry of Minerals**

19146	Saori Imada	38 (2011) 557-560	2010A0087	BL10XU	廣瀬 敬	Stabilities of NAL and Ca-ferrite-type Phases on the Join NaAlSiO <sub>4</sub> -MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> at High Pressure
			2009B0087	BL10XU	廣瀬 敬	
20338	Shigeaki Ono	38 (2011) 735-740	2008A1090	BL04B1	小野 重明	In situ Observation of a Garnet/Perovskite Transition in CaGeO <sub>3</sub>

**PLoS One**

20198	Tso-Ning Li	6 (2011) e22036	2010A4018	BL12B2	Chou Shan-Ho	A Novel Tetrameric PilZ Domain Structure from Xanthomonads
			2010A4007	BL12B2	Chou Shan-Ho	
20593	Masato Hoshino	6 (2011) e25140	2010A1251	BL20B2	毛利 聡	Optical Properties of In Situ Eye Lenses Measured with X-Ray Talbot Interferometry: A Novel Measure of Growth Processes
			2010A1450	BL20B2	星野 真人	
			2010B1293	BL20B2	星野 真人	
			2009A1887	BL20B2	毛利 聡	
			2010B1265	BL20B2	毛利 聡	
2011A1199	BL20B2	Pierscionek Barbara				

**Review of Scientific Instruments**

19095	Yuki Nakamoto	82 (2011) 066104	2010A1377	BL10XU	角谷 均	High-Pressure Generation using Nano-Polycrystalline Diamonds as Anvil Materials
			2009B1481	BL10XU	角谷 均	
			2009A1192	BL10XU	角谷 均	
			2008B1415	BL10XU	角谷 均	
			2008A1632	BL10XU	角谷 均	
			2007B1639	BL10XU	中本 有紀	
			2007A1338	BL10XU	中本 有紀	
			2006B1240	BL10XU	中本 有紀	
			2005B0782	BL10XU	角谷 均	
20306	Koji Horiba	82 (2011) 113701	2009B7402	BL07LSU	組頭 広志	Scanning Photoelectron Microscope for Nanoscale Three-Dimensional Spatial-Resolved Electron Spectroscopy for Chemical Analysis
			2010A7402	BL07LSU	組頭 広志	
			2010B7402	BL07LSU	組頭 広志	
			2011A7402	BL07LSU	組頭 広志	

**RSC Advances**

20535	Tomoyuki Matsuda	1 (2011) 1716-1720	2010A1041	BL01B1	守友 浩	Network Dimensionalities and Thermal Expansion Properties of Metal Nitroprussides
			2010A1042	BL02B2	守友 浩	
			2011A1418	BL02B2	守友 浩	
20596	Yuichi Michiue	1 (2011) 1788-1793	2007B4504	BL15XU	道上 勇一	Electrical, Optical, and Thermoelectric Properties of Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ZnO) <sub>9</sub>
			2009A4500	BL15XU	道上 勇一	

**Science**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18863	Tomoya Hino	330 (2010) 1666-1670	2007A2102	BL41XU	永野 真吾	Structural Basis of Biological N <sub>2</sub> O Generation by Bacterial Nitric Oxide Reductase
20385	Haruka Ozawa	334 (2011) 792-794	2010B0087	BL10XU	廣瀬 敬	Phase Transition of FeO and Stratification in Earth's Outer Core

**Superconductor Science and Technology**

19504	Michinaka Sugano	24 (2011) 075019	2009B1841	BL46XU	菅野 未知央	Bending Strain Analysis Considering a Shift of the Neutral Axis for YBCO Coated Conductors with and without Cu Stabilizing Layer
19816	Michinaka Sugano	22 (2009) 015002	2007A1730	BL46XU	菅野 未知央	The Direct Evaluation of the Internal Strain of Biaxially Textured YBCO Film in a Coated Conductor Using Synchrotron Radiation

**高圧力の科学と技術 (The Review of High Pressure Science and Technology)**

19916	Seiji Kamada	21 (2011) 77-83	2007B1476	BL10XU	寺崎 英紀	Phase and Melting Relationships in the Fe-S System under High Pressures: Application to the Temperature Profile in the Core
20475	Yoshinori Tange	21 (2011) 221-229	2006A1754	BL04B1	丹下 慶範	Development of Sintered Diamond Techniques in Kawai-Type Apparatus and Its Applications to Mineralogy of the Lower Mantle
			2006B1502	BL04B1	丹下 慶範	
			2007A1868	BL04B1	丹下 慶範	
			2007B1650	BL04B1	丹下 慶範	
			2008A1882	BL04B1	丹下 慶範	
			2008B1603	BL04B1	丹下 慶範	
			2009A1892	BL04B1	丹下 慶範	
			2009B1272	BL04B1	丹下 慶範	
			2010A1794	BL04B1	丹下 慶範	
2010B1566	BL10XU	丹下 慶範				

**ACS Catalysis**

20184	Atsushi Takagaki	1 (2011) 1562-1565	2011A1607	BL01B1	西村 俊	One-Pot Synthesis of 2,5-Diformylfuran from Carbohydrate Derivatives by Sulfonated Resin and Hydrotalcite-Supported Ruthenium Catalysts
-------	------------------	-----------------------	-----------	--------	------	---

**ACS NANO**

20830	Minoru Osada	5 (2011) 6871-6879	2007A4608	BL15XU	長田 実	Orbital Reconstruction and Interface Ferromagnetism in Self-Assembled Nanosheet Superlattice
			2007B4605	BL15XU	長田 実	
			2008A4602	BL15XU	長田 実	
			2008A4800	BL15XU	小林 啓介	

**Acta Crystallographica Section E**

19805	Asami Sano	62 (2006) I216-I218	2006A1538	BL10XU	大谷 栄治	Redetermination of the High-Pressure Modification of AlOOH from Single-Crystal Synchrotron Data
-------	------------	------------------------	-----------	--------	-------	---

**Acta Materialia**

18809	Christopher Gourlay	59 (2011) 4933-4943	2008A1428	BL20B2	Gourlay Christopher	Granular Deformation Mechanisms in Semi-solid Alloys
			2008B1560	BL20XU	安田 秀幸	
			2008B0014	BL20B2	安田 秀幸	

**Advanced Functional Materials**

18808	Toshiyuki Matsunaga	21 (2011) 2232-2239	2007B1340	BL01B1	松永 利之	Phase-Change Materials: Vibrational Softening upon Crystallization and Its Impact on Thermal Properties
			2008B1911	BL02B2	松永 利之	

**The American Journal of Pathology**

19415	Sho Kanzaki	178 (2011) 1270-1278	2007B1787	BL20XU	松尾 光一	Impaired Vibration of Auditory Ossicles in Osteopetrotic Mice
-------	-------------	-------------------------	-----------	--------	-------	---



### Applied Catalysis A: General

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18904	Satoshi Kameoka	375 (2010) 163-171	2009A4505	BL15XU	山本 昭二	Self-assembled Porous Nano-composite with High Catalytic Performance by Reduction of Tetragonal Spinel CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>

### Applied Mechanics and Materials

20710	Yoshikazu Nakai	83 (2011) 162-167	2007B1936	BL19B2	中井 善一	Initiation and Growth of Pits and Cracks in Corrosion Fatigue for High Strength Aluminium Alloy Observed by Micro Computed-tomography Using Ultra-bright Synchrotron Radiation
			2008A1886	BL19B2	中井 善一	

### Atmospheric Chemistry and Physics

20186	Yoshio Takahashi	11 (2011) 4289-4301	2009A1170	BL01B1	高橋 嘉夫	Oxalate Metal Complexes in Aerosol Particles: Implications for the Hygroscopicity of Oxalate-Containing Particles
			2009B1383	BL01B1	高橋 嘉夫	
			2010A1452	BL01B1	高橋 嘉夫	
			2011A1980	BL01B1	高橋 嘉夫	

### Bulletin of the Chemical Society of Japan

14945	Teppei Yamada	83 (2010) 42-48	2007B1642	BL02B2	山田 鉄兵	Structures and Proton Conductivity of One-Dimensional M(dhbq) · nH <sub>2</sub> O (M = Mg, Mn, Co, Ni, Zn, H <sub>2</sub> (dhbq) = 2,5-Dihydroxy-1,4-benzoquinone) Promoted by Connected Hydrogen-Bond Networks with Absorbed Water
			2008A1624	BL02B2	山田 鉄兵	
			2008B1138	BL02B2	山田 鉄兵	
			2009A1048	BL02B2	山田 鉄兵	

### Cardiovascular and Interventional Radiology

17544	Daigo Tanimoto	33 (2010) 1016-1021	2007B1405	BL20B2	谷本 大吾	Observation of Intravascular Changes of Superabsorbent Polymer Microsphere (SAP-MS) with Monochromatic X-ray Imaging
-------	----------------	------------------------	-----------	--------	-------	--

### Catalysis Letters

18632	Hirofumi Ohtsuka	141 (2011) 413-419	2008B2152	BL14B2	大塚 浩文	The Oxidation of Methane at Low Temperatures Over Zirconia-Supported Pd, Ir and Pt Catalysts and Deactivation by Sulfur Poisoning
			2008B2170	BL14B2	大塚 浩文	

### Catalysis Today

20312	Xiaohao Liu	175 (2011) 494-503	2010A1001	BL14B2	春田 正毅	Anti-ASF distribution in Fischer-Tropsch Synthesis over Unsupported Cobalt Catalysts in a Batch Slurry Phase Reactor
			2009B1007	BL14B2	春田 正毅	

### Ceramic Transactions

18239	Kentaro Suzuya	213 (2010) 33-38	2005B0880	BL04B2	岡村 清人	Intermediate-Range Order in Polymer-Route Si-C-O Fibers by High-Energy X-Ray Diffraction and Reverse Monte Carlo Modelling
-------	----------------	---------------------	-----------	--------	-------	--

### Ceramics International

19914	Tsunenori Watanabe	37 (2011) 3183-3192	2008B5351	BL16B2	出口 博史	Synthesis of $\gamma$ -Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Solid Solutions by Spray Pyrolysis Method
-------	--------------------	------------------------	-----------	--------	-------	---

### Chemical Physics Letters

18738	Junya Ohyama	507 (2011) 105-110	2010A1608	BL40XU	大山 順也	<i>In Situ</i> Au L <sub>3</sub> and L <sub>2</sub> Edge XANES Spectral Analysis during Growth of Thiol Protected Gold Nanoparticles for the Study on Particle Size Dependent Electronic Properties
-------	--------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

### Chemistry-A European Journal

20786	Shiki Yagai	17 (2011) 13657-13660	2010B1698	BL02B2	矢貝 史樹	Catenation of Self-Assembled Nanorings
-------	-------------	--------------------------	-----------	--------	-------	--

**Dalton Transactions**

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
17949	Yusuke Takezawa	40 (2011) 2190-2195	2008B1301	BL38B1	上野 隆史	Incorporation of Organometallic Ru Complexes into Apo-ferritin Cage
			2009B1059	BL41XU	上野 隆史	
			2009B1065	BL38B1	上野 隆史	

**Electrochemistry Communications**

20638	Jun Maruyama	13 (2011) 1451-1454	2010B1780	BL14B2	丸山 純	One-pot Hybrid Physical-chemical Vapor Deposition for Formation of Carbonaceous Thin Film with Catalytic Activity for Oxygen Reduction
-------	-----------------	------------------------	-----------	--------	------	--

**Europhysics Letters**

20212	Nozomu Hiraoka	96 (2011) 37007	2009B4260	BL12XU	平岡 望	dd Excitations in Three-Dimensional q-space: A Nonresonant Inelastic X-ray Scattering Study on NiO
-------	-------------------	--------------------	-----------	--------	------	---

**Gene Therapy**

19869	Martin Donnelley	19 (2012) 8-14	2010A1523	BL20B2	Parsons David	Synchrotron Phase Contrast X-ray Imaging Reveals Fluid Dosing Dynamics for Gene Transfer into Mouse Airways
-------	---------------------	-------------------	-----------	--------	------------------	---

**Genes to Cells**

20228	Tsunehiro Mizushima	16 (2011) 1071-1080	2009B6937	BL44XU	水島 恒裕	Structural Basis for Improved Efficacy of Therapeutic Antibodies on Defucosylation of Their Fc Glycans
-------	------------------------	------------------------	-----------	--------	-------	---

**High Pressure Research**

20474	Yoshinori Tange	31 (2011) 413-418	2003B0411	BL04B1	高橋 栄一	<i>In situ</i> Observation of Pressure Induced Electrical Resistance Changes in Zirconium: Pressure Calibration Points for the Large Volume Press at 8 and 35 GPa
-------	--------------------	----------------------	-----------	--------	-------	---

**IEICE Transactions on Electronics**

20333	Ichiro Hirosawa	E94-C (2011) 1755-1759	2009A1823	BL19B2	廣沢 一郎	Characterization of Vertical Alignment Film by X-Ray Reflectivity
			2010A1768	BL19B2	廣沢 一郎	

**International Journal of Greenhouse Gas Control**

20466	Hiroshi Deguchi	5 (2011) 1533-1539	2008B5050	BL16XU	出口 博史	Hydration Structure around CO <sub>2</sub> Captured in Aqueous Amine Solutions Observed by High Energy X-ray Scattering
			2009B5050	BL16XU	出口 博史	
			2010B5050	BL16XU	出口 博史	

**Journal of Agricultural and Food Chemistry**

15576	Takako Fukuda	56 (2008) 4145-4153	2007B1490	BL38B1	三上 文三	Characterization and Crystallography of Recombinant 7S Globulins of Adzuki Bean and Structure-Function Relationships with 7S Globulins of Various Crops
-------	------------------	------------------------	-----------	--------	-------	---

**Journal of Applied Polymer Science**

20773	Jun Kawabata	122 (2011) 1913-1920	2008A1222	BL40B2	松葉 豪	Melt Memory Effects on Recrystallization of Polyamide 6 Revealed by Depolarized Light Scattering and Small-Angle X-ray Scattering
-------	-----------------	-------------------------	-----------	--------	------	---

**Journal of Bacteriology**

20296	Yuan-Lan Chiang	191 (2009) 7597-7608	2009A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	Crystal Structure of Adenylylsulfate Reductase from <i>Desulfovibrio gigas</i> Suggests a Potential Self-regulation Mechanism Involving the C-terminus of the $\beta$ -subunit
			2007B4007	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008A4001	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008A4009	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2008B4006	BL12B2	Chen Chun Jung	

**Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18785	Masaki Kobayashi	181 (2010) 239-241	2009A1854	BL14B2	尾嶋 正治	Electronic Structure of Pt-Co Cathode Catalysts in Membrane Electrolyte Assembly Observed by X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy with Different Probing Depth

**Journal of Fuel Cell Science and Technology, Transactions of the ASME**

20042	Masashi Mori	8 (2011) 051010	2007B1957	BL14B2	伊藤 孝憲	Evaluation of SrTi <sub>1-x</sub> Co <sub>x</sub> O <sub>3</sub> Perovskites (0 ≤ x ≤ 0.2) as Interconnect Materials for Solid Oxide Fuel Cells
-------	--------------	--------------------	-----------	--------	-------	---

**Journal of Hazardous Materials**

20524	Takashi Fujimori	197 (2011) 345-351	2007B1687	BL02B2	藤森 崇	Thermochemical Chlorination of Carbon Indirectly Driven by an Unexpected Sulfide of Copper with Inorganic Chloride
			2008A1743	BL01B1	藤森 崇	

**Journal of Mineralogical and Petrological Sciences**

19793	Jun Tsuchiya	103 (2008) 116-120	2007A2090	BL10XU	大谷 栄治	First Principles Prediction of New High-Pressure Phase of InOOH
-------	--------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

**Journal of Non-Crystalline Solids**

18755	Tetsu Ichitsubo	357 (2011) 494-500	2008B1144	BL35XU	市坪 哲	Static Heterogeneity in Metallic Glasses and its Correlation to Physical Properties
-------	-----------------	-----------------------	-----------	--------	------	---

**Journal of Nuclear Materials**

20595	Takashi Sawabe	419 (2011) 310-319	2010A3230	BL24XU	園田 健	Microstructure of Oxide Layers Formed on Zirconium Alloy by Air Oxidation, Uniform Corrosion and Fresh-Green Surface Modification
			2009B3230	BL24XU	園田 健	

**The Journal of Physical Chemistry B**

19505	Yasuhiro Umebayashi	115 (2011) 12179-12191	2006B1286	BL04B2	梅林 泰宏	Liquid Structure of and Li <sup>+</sup> Ion Solvation in Bis(trifluoromethanesulfonyl)amide Based Ionic Liquids Composed of 1-ethyl-3-methylimidazolium and <i>N</i> -methyl- <i>N</i> -propylpyrrolidinium Cations
-------	---------------------	---------------------------	-----------	--------	-------	---

**Journal of Solid State Chemistry**

20148	Alexei Belik	184 (2011) 3128-3133	2007A2087	BL02B2	Belik Alexei	Low-Temperature Structural Phase Transition in Synthetic Libethenite Cu <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> OH
			2009A1136	BL02B2	Belik Alexei	

**The Journal of Strain Analysis for Engineering Design**

20203	Koji Kiriyaama	46 (2011) 697-705	2009A3606	BL14B1	桐山 幸治	Ageing Effects on the Lattice Strain Behaviour of Duplex Stainless Steel
			2009B3609	BL14B1	桐山 幸治	

**Journal of Structural Biology**

20297	Hong-Hsiang Guan	169 (2010) 294-303	2009B4002	BL12B2	Chen Chun Jung	Structures of Two Elapid Snake Venom Metalloproteases with Distinct Activities Highlight the Disulfide Patterns in the D Domain of ADAMalysin Family Proteins
-------	------------------	-----------------------	-----------	--------	----------------	---

**Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**

19815	Hossein Khosroabadi	23 (2010) 1385-1389	2007A1118	BL35XU	宮坂 茂樹	Softening of Bond Stretching Phonon Mode in Ba <sub>1-x</sub> K <sub>x</sub> BiO <sub>3</sub> Superconductor
			2007B1215	BL35XU	宮坂 茂樹	
			2008A1456	BL35XU	宮坂 茂樹	

**Journal of the American Ceramic Society**

19433	Isao Yamashita	91 (2008) 1634-1639	2005B0766	BL02B2	山下 勲	Synchrotron X-Ray Study of the Crystal Structure and Hydrothermal Degradation of Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal
			2006B0107	BL02B2	山下 勲	

## Journal of the Japan Petroleum Institute

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20464	Kohsuke Mori	54 (2011) 1-14	2010B1098	BL01B1	森 浩亮	Design of Colloidal and Supported Metal Nanoparticles: Their Synthesis, Characterization, and Catalytic Application

## Journal of the Korean Physical Society

19969	Kenji Ohwada	59 (2011) 2509-2514	2010A1459	BL35XU	大和田 謙二	Effect of B-site Randomness on the Antiferroelectric/Relaxor Nature of the Ground State: Inelastic X-ray Scattering Study of $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$
			2009A1203	BL35XU	大和田 謙二	

## Journal of the Society of Powder Technology, Japan

19851	Mayumi Fujinaga	48 (2011) 618-624	2009A1472	BL43IR	寺田 勝英	Evaluation of the Change in Surface Properties of Particles Induced by Mechano-fusion Process
			2010A1357	BL43IR	寺田 勝英	
			2009B1470	BL43IR	寺田 勝英	

## Langmuir

17821	Junya Ohyama	26 (2010) 13907-13912	2007A1921	BL28B2	寺村 謙太郎	Investigation of the Formation Process of Photodeposited Rh Nanoparticles on $\text{TiO}_2$ by In Situ Time-Resolved Energy-Dispersive XAFS Analysis
			2007B1094	BL28B2	寺村 謙太郎	
			2008A1101	BL01B1	寺村 謙太郎	
			2008A1102	BL28B2	寺村 謙太郎	

## Macromolecules

20364	KyoungHou Kim	44 (2011) 7378-7384	2006B1396	BL40B2	浦川 宏	Microsecond Analysis of Quasi-Smectic Fibrillar Structure in the Continuous Fiber Drawing of Poly(ethylene terephthalate)
			2007A1674	BL40B2	浦川 宏	
			2008A1485	BL40B2	浦川 宏	
			2009B1226	BL40B2	大越 豊	

## Materials Letters

18841	Hidenori Terasaki	65 (2011) 1745-1748	2010B1886	BL46XU	寺崎 秀紀	In situ Studies of Nonlinear d-spacing Changes in Titanium and Steel Alloys
-------	----------------------	------------------------	-----------	--------	-------	---

## Materials Transactions

19913	Daiju Matsumura	52 (2011) 635-640	2008B3619	BL14B1	松村 大樹	Correlation between Structure of Titanium Additives and Dehydrogenation Reaction of Magnesium Borohydride Studied by Continuous Observation of X-Ray Absorption Spectroscopy
			2009A3616	BL14B1	松村 大樹	
			2009A3618	BL14B1	松村 大樹	
			2009B3606	BL14B1	松村 大樹	

## Metallomics

20582	Emiko Harada	3 (2011) 1340-1346	2009B1502	BL37XU	原田 英美子	Assessment of Willow ( <i>Salix</i> sp.) as a Woody Heavy Metal Accumulator: Field Survey and <i>in vivo</i> X-ray Analyses
-------	-----------------	-----------------------	-----------	--------	--------	---

## Molecular and Cellular Biochemistry

20179	Takayoshi Kinoshita	356 (2011) 97-105	2011A6617	BL44XU	木下 誉富	A Detailed Thermodynamic Profile of Cyclopentyl and Isopropyl Derivatives Binding to CK2 Kinase
-------	------------------------	----------------------	-----------	--------	-------	---

## Molecular Cell

20477	Nobuo Noda	44 (2011) 462-475	2007B1605	BL41XU	野田 展生	Structural Basis of Atg8 Activation by a Homodimeric E1, Atg7
			2008A2021	BL41XU	稲垣 冬彦	
			理研	BL32XU		

### Molecular Microbiology

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20300	Yin-cheng Hsieh	78 (2010) 1101-1116	2010B4000	BL12B2	Chen Chun Jung	Structural Insights into the Enzyme Catalysis from Comparison of Three Forms of Dissimilatory Sulfite Reductase from <i>Desulfovibrio Gigas</i>
			2008B4006	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2009B4002	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2010A4004	BL12B2	Chen Chun Jung	

### Nature

19145	Ryuichi Nomura	473 (2011) 199-202	2010B4250	BL12XU	廣瀬 敬	Spin Crossover and Iron-rich Silicate Melt in the Earth's Deep Mantle
			2010A0087	BL10XU	廣瀬 敬	

### Nature Communications

19850	Masaki Azuma	2 (2011) 347	2003A0474	BL02B2	東 正樹	Colossal Negative Thermal Expansion in BiNiO <sub>3</sub> Induced by Intermetallic Charge Transfer
			2008A1283	BL39XU	東 正樹	

### Nature Materials

20801	Alexander Gray	10 (2011) 759-764	2008A4906	BL15XU	Fadley Charles	Probing Bulk Electronic Structure with Hard X-ray Angle-Resolved Photoemission
			2008B4800	BL15XU	小林 啓介	
			2009A4906	BL15XU	Fadley Charles	

### Nature Structural and Molecular Biology

19421	Takahide Kon	18 (2011) 638-641	2006B6816	BL44XU	栗栖 源嗣	X-ray Structure of a Functional Full-Length Dynein Motor Domain
			2007B6816	BL44XU	栗栖 源嗣	
			2008A1393	BL41XU	栗栖 源嗣	

### Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A

20332	Takahiro Tanaka	659 (2011) 528-530	2009B1190	BL27SU	齋藤 則生	Improvement of a Cryogenic Radiometer for XFEL Absolute Intensity Measurement
			2010B1304	BL27SU	齋藤 則生	

### Nuclear Science

17639	Hideaki Shiwaku	6288 (2007) 301-306	2006A3504	BL11XU	塩飽 秀啓	XAFS Studies on Actinide-Pyridine-Diamide Complexes for Development of an Innovative Separation Process
			2006B3504	BL11XU	塩飽 秀啓	
			2005B3504	BL11XU	塩飽 秀啓	

### Physica B

19452	Yoshifumi Sakaguchi	406 (2011) 2443-2447	2010A1375	BL04B2	坂口 佳史	Research on Glass Cells for <sup>3</sup> He Neutron Spin Filters
-------	------------------------	-------------------------	-----------	--------	-------	--

### Physica Status Solidi C

19454	Kenji Kikuchi	8 (2011) 2801-2804	2010A1884	BL46XU	菊地 健司	Hole-blocking Mechanism in High-Gain Avalanche Rushing Amorphous Photoconductor (HARP) Film
-------	------------------	-----------------------	-----------	--------	-------	--

**Physical Review C**

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
20508	Wen Chen Chang	82 (2010) 015205	C01A6001	BL33LEP	中野 貴志	Measurement of Spin-Density Matrix Elements for $\eta$ -Meson Photoproduction from Protons and Deuterons Near Threshold
			C01B6001	BL33LEP	中野 貴志	
			C02A6001	BL33LEP	中野 貴志	
			C02B6001	BL33LEP	中野 貴志	
			C03A6001	BL33LEP	中野 貴志	
			C03B6001	BL33LEP	中野 貴志	
			C05A6001	BL33LEP	中野 貴志	
			2005B6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2006A6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2006B6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2007A6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2007B6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2008A6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2008B6001	BL33LEP	堀田 智明	
2009A6001	BL33LEP	堀田 智明				
2009B6001	BL33LEP	堀田 智明				

**Physics in Medicine and Biology**

20336	Mario Beltran	56 (2011) 7353-7369	2009A1882	BL20B2	Kitchen Marcus	Interface-Specific X-ray Phase Retrieval Tomography of Complex Biological Organs
			2009A0022	BL20B2	Lewis Rob	

**Proceedings of 2010 ISAF & ECAPD**

19970	Hidesada Natsui	(2010) 3	2009B1067	BL02B2	余野 建定	Crystal Structure Analysis of Manganese and Gallium Doped Hexagonal BaTiO <sub>3</sub> by Synchrotron Radiation Powder Diffraction
			2009B0084	BL02B2	久保田 佳基	
			2010A1220	BL02B2	増野 敦信	
			2010A0084	BL02B2	久保田 佳基	

**Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America**

18816	Shun Hirota	107 (2010) 12854-12859	2011A1204	BL38B1	長尾 聡	Cytochrome c Polymerization by Successive Domain Swapping at the C-Terminal Helix
			2010B1041	BL38B1	廣田 俊	

**Progress in Nuclear Energy**

20020	Haruaki Matsuura	53 (2011) 930-934	2004A0547	BL01B1	松浦 治明	<i>In-situ</i> Observation Technique of Electrodeposition Reaction by X-ray from Synchrotron Source
			2004B0914	BL19B2	松浦 治明	
			2005A0697	BL19B2	松浦 治明	
			2005A0696	BL01B1	松浦 治明	
			2005B0712	BL19B2	松浦 治明	

**Protein Engineering Design and Selection**

20740	Kastumasa Kuwahara	21 (2008) 737-744	2007A1336	BL38B1	金谷 茂則	Importance of the Ca <sup>2+</sup> -binding Sites in the N-catalytic Domain of a Family I.3 Lipase for Activity and Stability
			2007B1117	BL38B1	金谷 茂則	

**Protein Science**

20757	Cahyo Budiman	20 (2011) 1755-1764	2010A1158	BL38B1	金谷 茂則	Crystal Structure of N-domain of FKBP22 from <i>Shewanella</i> sp. SIB1: Dimer Dissociation by Disruption of Val-Leu Knot
			2010A6915	BL44XU	金谷 茂則	

**Research on Chemical Intermediates**

16985	Shuai Yuan	34 (2008) 519-524	2007B1245	BL01B1	森 浩亮	Photoluminescence Properties of Ag <sub>2</sub> S Semiconductor Clusters Synthesized in Microporous and Mesoporous
-------	---------------	----------------------	-----------	--------	------	--

**Russian Geology and Geophysics**

19783	Eiji Ohtani	50 (2009) 1073-1078	2007A1701	BL04B1	大谷 栄治	The Role of Water in the Deep Upper Mantle and Transition Zone: Dehydration of Stagnant Slabs and Its Effects on the Big Mantle Wedge
-------	-------------	------------------------	-----------	--------	-------	---



**Scripta Materialia**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
19455	Ming Yan	65 (2011) 755-758	2010A1196	BL04B2	Yan Ming	The Influence of Topological Structure on Bulk Glass Formation in Al-based Metallic Glasses

**Small**

18782	Shiki Yagai	6 (2010) 2731-2740	2009A1692	BL13XU	矢貝 史樹	Structural and Electronic Properties of Extremely Long Electron-Conductive Perylene Bisimide Nanofibers Formed through a Stoichiometrically-Mismatched Complexation between Complimentary Multiple Hydrogen-Bonding Modules
-------	-------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

**Solid State Electronics**

19069	Kohei Ebihara	60 (2011) 26-30	2009A1524	BL13XU	酒井 朗	X-ray Microdiffraction Investigation of Crystallinity and Strain Relaxation in Ge Thin Lines Selectively Grown on Si(001) Substrates
-------	---------------	--------------------	-----------	--------	------	--

**Topics in Applied Physics**

19624	Atsushi Takahara	117 (2010) 169-190	2008A1523	BL02B2	高原 淳	Structure and Properties of Imogolite Nanotubes and Their Application to Polymer Nanocomposites
-------	------------------	-----------------------	-----------	--------	------	---

**Topics in Catalysis**

19947	Masashi Taniguchi	42-43 (2007) 367-371	2006B3615	BL14B1	谷口 昌司	The Self-regenerative Pd-, Rh-, and Pt-perovskite Catalysts
			2001B0511	BL01B1	西畑 保雄	
			2002B0605	BL01B1	西畑 保雄	
			2005A0361	BL01B1	谷口 昌司	
			2005B3602	BL14B1	谷口 昌司	

**Transactions of the Materials Research Society of Japan**

19820	Yasuhiro Yoneda	36 (2011) 23-26	2009A3610	BL14B1	米田 安宏	Growth of Bi-Ti-O Particles by Ion Implantation
			2009B3616	BL14B1	米田 安宏	
			2010A3607	BL14B1	米田 安宏	

**Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie**

19980	Masahiro Sadakane	637 (2011) 1467-1474	2009B1336	BL01B1	定金 正洋	Preparation and Structural Characterization of Ru <sup>II</sup> -DMSO and Ru <sup>III</sup> -DMSO-substituted $\alpha$ -Keggin-type Phosphotungstates, [PW <sub>11</sub> O <sub>39</sub> Ru <sup>II</sup> DMSO] <sup>5-</sup> and [PW <sub>11</sub> O <sub>39</sub> Ru <sup>III</sup> DMSO] <sup>4-</sup> , and Catalytic Activity for Water Oxidation
-------	-------------------	-------------------------	-----------	--------	-------	--

**材料 (Journal of the Society of Materials Science, Japan)**

19462	Shinya Kitayama	59 (2010) 666-670	2009B1792	BL14B2	西本 哲朗	Highly Efficient Ultra-Violet Luminescence from Low-Temperature Grown AlGdN
-------	-----------------	----------------------	-----------	--------	-------	---

**日本機械学会論文集 B編 (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series B)**

20387	Ryo Koresawa	77 (2011) 2019-2027	2010A1487	BL20XU	荒木 拓人	Simultaneous Measurement of Oxygen Diffusivity and Visualization of Moisture Distribution in Gas Diffusion with Wettability Distribution for Improvement of Polymer Electrolyte Fuel Cell Performance
			2011A1760	BL20B2	宇高 義郎	

**日本金属学会誌 (The Journal of the Japan Institute of Metals)**

19823	Akimitsu Ishihara	75 (2011) 552-556	2009B1821	BL14B2	石原 顕光	Catalytic Activity for Oxygen Reduction Reaction on Tantalum Oxide-Based Compounds (2) Active Sites of TaON Thin Film Catalysts and Role of Carbon
			2010A1740	BL14B2	今井 英人	
			2010A1748	BL14B2	石原 顕光	
			2010B1792	BL14B2	今井 英人	
			2010B1888	BL14B2	今井 英人	

## 日本マイクログラビティ応用学会誌 (Journal of the Japan Society of Microgravity Application)

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
18198	Akitoshi Mizuno	27 (2010) 222-226	2008B1536	BL04B2	水野 章敏	Time-Resolved X-ray Diffraction during Container less Solidification of Zr-Based Alloys
			2009A1254	BL04B2	水野 章敏	
			2009B1569	BL08W	水野 章敏	

## 博士論文 (University of California, Berkeley)

20158	Zoe Boekelheide	(2011)	2009A4906	BL15XU	Fadley Charles	Effects of Nanoscale Structure on the Magnetism and Transport Properties of Chromium and Chromium-Aluminum Alloys
-------	-----------------	--------	-----------	--------	----------------	---

## 博士論文 (University of California, Davis)

19915	Alexander Gray	(2011)	2009A4906	BL15XU	Fadley Charles	Depth-resolved Electronic Structure of Spintronic Nanostructures and Complex Materials with Soft and Hard X-ray Photoemission
			2010A4902	BL15XU	Fadley Charles	

## 博士論文 (University of Washington)

19952	Tracy Lovejoy	(2010)	2009A4800	BL15XU	小林 啓介	III-VI Semiconductors and Oxides: Electronic Structure, Surface Morphology, and Transition Metal Doping of Ga <sub>2</sub> Se <sub>3</sub> , In <sub>2</sub> Se <sub>3</sub> , and Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
			2009B4800	BL15XU	Lovejoy Tracy	

## 博士論文 (慶應義塾大学)

19388	Yojiro Oba	(2009)	2007A1571	BL25SU	佐藤 徹哉	Ferromagnetism Induced by Strain in Pd Nanoparticles
			2006A1233	BL25SU	佐藤 徹哉	

## 博士論文 (東京大学)

19423	Hironori Suzuki	(2011)	2008B1179	BL38B1	野口 修治	Structural Biological Study on Co-chaperon Mechanism of Human Heat-Shock Protein Hdj1
-------	-----------------	--------	-----------	--------	-------	---

## 博士論文 (豊田工業大学)

17161	Takuo Sasaki	21 (2010)	2008B3571	BL11XU	山口 真史	Study of Strain Relaxation Mechanisms in Lattice-mismatched III-V Heteroepitaxy
			2009A3573	BL11XU	山口 真史	
			2009B3571	BL11XU	山口 真史	

## 課題以外の成果として登録された論文

## Acta Crystallographica Section D

研究成果番号	著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	タイトル
20708	Ryuichi Asano	67 (2011) 149-155	理研	BL26B2	An Additional C-terminal Loop in Endonuclease IV, an Apurinic/Apyrimidinic Endonuclease, Controls Binding Affinity to DNA

## Applied Physics Letters

20153	Yukio Takahashi	99 (2011) 131905	理研	BL29XU	Multiscale Element Mapping of Buried Structures by Ptychographic X-ray Diffraction Microscopy using Anomalous Scattering
-------	-----------------	---------------------	----	--------	--

## Biochemistry

20709	Fumiaki Tomoike	50 (2011) 4597-4607	理研	BL26B2	A Single Amino Acid Limits the Substrate Specificity of <i>Thermus thermophilus</i> Uridine-Cytidine Kinase to Cytidine
-------	-----------------	------------------------	----	--------	---

## IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics

20414	Jianwei Miao	PP (2011) 1-16	理研	BL29XU	Coherent Diffraction Imaging with X-rays
-------	--------------	-------------------	----	--------	--

## Japanese Journal of Applied Physics

18633	Akitaka Yoshigoe	49 (2010) 115704	原研	BL23SU	Immediate Products after Exposing Si(111)-7x7 Surface to O <sub>2</sub> at 300 K
-------	------------------	---------------------	----	--------	--

**Journal of Applied Crystallography**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	タイトル
17980	Shuji Akiyama	43 (2010) 237-243	理研	BL45XU	Quality Control of Protein Standards for Molecular Mass Determinations by Small-Angle X-ray Scattering

**Journal of Molecular Biology**

19983	Masaki Unno	413 (2011) 667-683	理研	BL44B2	Binding and Selectivity of the Marine Toxin Neodysiherbaine A and Its Synthetic Analogues to GluK1 and GluK2 Kainate Receptors
			理研	BL26B1	
			理研	BL26B2	

**Journal of the Vacuum Society of Japan**

20599	Kazuhiro Tamura	54 (2011) 155-157	加速器	BL05SS	Development of Ultra-High Vacuum Chamber Made of Tungsten Alloy for Radiation Shield
-------	--------------------	----------------------	-----	--------	--

**Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America**

20763	Shinya Saijo	108 (2011) 19955-19960	理研	BL41XU	Crystal Structure of the Central Axis DF Complex of the Prokaryotic V-ATPase
-------	-----------------	---------------------------	----	--------	--

## SPring-8利用者懇談会の改編について

SPring-8利用者懇談会 会長  
雨宮 慶幸

前回の利用者情報で報告しました、「SPring-8利用者懇談会の改編」のその後の進捗をご報告します。

SPring-8利用者懇談会の評議員会および総会が、日本放射光学会・合同シンポジウム(@鳥栖市、1/6～1/9)の期間中の1月6日に開催されました。評議員会では、前回報告した改編案を再度確認し、その後行われた総会で、改編案が承認されました。改編のポイントを下記に記します。

1. 会の名をSPring-8ユーザー協同体 (SPRUC) と改め、全ユーザーを会員とする新しい組織を2012年4月1日に発足する。SPring-8利用者懇談会は3月31日をもって解散し、その資産はSPRUCに引き継ぐ。
2. SPring-8を利用する者が、自動的にSPRUCの会員になる。会費は無料。過去3年間(学生は1年間)、SPring-8を利用しなければ自動的に退会になる。「利用」の定義は、SPring-8ユーザーサイトのマイページへのログイン履歴とする。実験を行わないユーザー(理論分野の研究者、将来利用する研究者等)もユーザー登録すれば自動的に会員になる。
3. 評議員(30名)は、機関代表者(後述)から推薦された候補者の中から会員によるWeb選挙で選出される。任期は2年。半数改選のため、選挙は毎年行う。会長(1名)は、評議員の互選により選出される。任期は2年。
4. 会員は、原則一つ以上の研究会に所属する。各研究会は、SPring-8シンポジウムに参加し、利用成果の発表・議論を行う。また、関連する学協会等と連携し、SPring-8の利用成果発表、SPring-8への要望の取り纏め等を行う。
5. SPRUCはユーザーが所属する機関の中から複数の代表機関を選び、各代表機関の代表者からなる機関代表者会議を設置する。SPRUCは機関代表者に対して、評議員候補者の推薦を求める。また、SPRUCは機関代表者会議に対して、SPRUCの方

針・運営等に関して助言等を求めることができる。

詳細は、以下のSPring-8利用者懇談会HPに掲載しております。

<http://www.spring8.or.jp/ext/ja/sus/kaihen>

以上のように、今回の利用懇の改編は、利用懇の解散、および、新たな組織 (SPRUC) の発足、という大きな改編です。全ユーザーが会員となる組織を発足させることは、そのこと自体が意義あることですが、今後、この組織を有機的に機能する組織に育てていくことが、それ以上に重要です。特に前述の4.に関連して、研究会活動をこれまで以上に活性化する必要があると考えています。

ユーザーあつてのSPring-8であり、かつ、SPring-8あつてのユーザーです。SPring-8の全ユーザー協同体であるSPRUCが、SPring-8と円滑に双方向の情報交換を行いながら、SPring-8の高度化・最適化を行い、SPring-8からこれまで以上にインパクトがあり、裾野の広い成果が創出されることを願っています。

引き続きユーザーの皆様の意見を反映しながら、有機的に機能する、足腰の強いSPRUCを立ち上げたいと思っています。

皆様のご協力を頂きたく、よろしく申し上げます。



雨宮 慶幸 AMEMIYA Yoshiyuki  
東京大学大学院 新領域創成科学研究科  
〒277-8561 柏市柏の葉5-1-5  
基盤棟601  
TEL : 04-7136-3750  
e-mail : amemiya@k.u-tokyo.ac.jp

## 最近の SPring-8 関係功績の受賞

※功績が認められ最近受賞された SPring-8 利用者等を掲載しています。

### 第 59 回日本金属学会論文賞

主催：日本金属学会

受賞者	戸田 裕之	豊橋技術科学大学大学院 工学研究科機械工学系 教授
	中澤 満	慶應義塾大学大学院 理工学研究科 博士課程
	青木 義満	慶應義塾大学 理工学部電子工学科 准教授
	上杉 健太郎	(財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 研究員
	鈴木 芳生	(財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 副主席研究員
	小林 正和	豊橋技術科学大学大学院 工学研究科機械工学系 准教授
受賞テーマ	Four-Dimensional Annihilation Behaviors of Micro Pores during Surface Cold Working	
ビームライン	BL47XU	
研究内容	<p>これまでの SPring-8 を用いた研究で、金属中の過飽和水素が材料内に分子状水素として排出され、ポアとして知られるミクロ欠陥が生成すること、これが強度や延性、疲労寿命に大きな影響を及ぼすことがわかってきた。このポアは、液相-固相間の大きな水素溶解度差という物理的な原因に基づいて発生するため、いかなる工夫をしても完全には防止できない。この研究では、材料表面に強加工を施し、水素を格子欠陥にトラップすることでポアの除去（閉口）および再発生防止を狙い、その過程を X 線 CT で 4D 観察した。その結果、適切な条件で強加工を施すことで表層 300 μm 程度のポアが完全に除去できること、そしてその後の高温暴露によっても再発生しないことがわかった。</p> <p>[参考文献：Acta Mater. <b>57</b> (2009) 2277, <b>59</b> (2011) 4990. SPring-8 News <b>60</b> (2012)]</p>	
受賞理由	<p>日本金属学会「論文賞」は、前年 1 ヶ年の会誌、欧文誌に掲載された学術論文の中から特に優秀な論文に対して贈られる。この研究では、工業的に重要なポアの完全除去を達成すると同時に、学術的には長らく懸案であったポア消滅の力学条件を明らかにした。このため、4D 観察画像に写る数万～数十万点の粒子やミクロ欠陥などを強加工下で高精度に追跡し、材料内部の歪みを 4D かつ高密度で直接測定して評価した。このように、産業、学術両面で意義深い研究を、受賞者のオリジナルな実験解析技術の応用で達成した点が高く評価された。</p>	

## 第20回 SPring-8施設公開 —すぐそこに 夢の光と科学の未来—

SPring-8では、毎年、科学技術週間（4月18日（発明の日）を含む1週間）にちなんで、「SPring-8施設公開」を実施しています。

第20回 SPring-8施設公開は下記のとおり開催いたします。今年は「すぐそこに 夢の光と科学の未来」をキャッチフレーズに、科学講演会、科学実演・工作、見学ツアーをはじめとするいろいろなイベントを開催いたします。是非この機会にSPring-8の科学の最先端を体感してください。みなさまのご来場をお待ちしております。

### 記

- 日 時：平成24年4月30日（月・振替休日）  
9時30分～16時30分（受付は15時30分まで）
- 場 所：大型放射光施設SPring-8キャンパス（播磨科学公園都市内）
- 内 容：施設の公開、科学講演会、科学実演・工作、見学ツアー、パネル展示など
- 入場料：無料（お気軽にお越しください）
- 予 約：不要
- 問い合わせ先：(財)高輝度光科学研究センター 広報室  
TEL：0791-58-2785 FAX：0791-58-2786  
e-mail：openhouse12@spring8.or.jp  
URL：http://www.spring8.or.jp/ja/news\_publications/events/open\_sp812



## 第12回 SPring-8夏の学校開催のご案内 —最先端の放射光科学を学ぶ—

開催日：平成24年7月15日（日）～18日（水）（予定）

場 所：SPring-8（兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1）

参加費：無料（但し交通費・宿泊費等は自己負担）

募集人数：60名程度

対 象\*：❖大学院修士（博士前期）課程に在学中の学生  
❖人数に余裕があれば学部4年生も受入れ可  
❖主催大学の推薦枠あり

カリキュラム概要：基礎講座 / 応用講座 / ビームライン実習

参加登録\*：WEBでのOn-line登録による参加申し込みとなります。  
（応募者多数の場合は参加登録の内容をもとに選考させていただきます。）

参加登録受付期間：4月23日（月）10：00～5月25日（金）17：00（予定）

\*詳しくはSPring-8ウェブサイトをご覧ください。

<http://www.spring8.or.jp/ja> → 「学術会合」 → 「第12回SPring-8夏の学校」  
（Webサイトは4月上旬頃にオープン予定）

主 催：(財)高輝度光科学研究センター  
(独)理化学研究所 播磨研究所  
(独)日本原子力研究開発機構 量子ビーム応用研究部門  
兵庫県立大学大学院物質理学研究科・生命理学研究科  
兵庫県立大学高度産業科学技術研究所  
関西学院大学大学院理工学研究科  
東京大学放射光連携研究機構  
岡山大学

後 援：(財)ひょうご科学技術協会

問い合わせ先：(財)高輝度光科学研究センター 研究調整部  
SPring-8夏の学校事務局  
TEL：0791-58-0987 FAX：0791-58-0988  
e-mail：2012summerschool@spring8.or.jp

## 「SPring-8 次期計画 Preliminary Report」 公開のお知らせ

独立行政法人理化学研究所  
播磨研究所  
所長 石川 哲也

独立行政法人理化学研究所と財団法人高輝度光科学研究センターでは、2019年を目処に大型放射光施設SPring-8が新たな利用研究を支える硬X線放射光源として生まれ変わるべく、2008年にワーキンググループを発足させ、次期計画の策定に向けて検討を進めてまいりました。

これまで検討経過の報告等を目的としたシンポジウムを開催してまいりましたが、このたび、次期計画の検討状況を「SPring-8 Upgrade Plan Preliminary Report」としてとりまとめWeb上で公開いたしました。

供用開始から15年目を迎えるSPring-8が、将来的にも多くの成果を創出する最先端の施設であり続けるとともに、また隣接して建設されたX線自由電子レーザー施設SACLAとの相乗効果による新しいサイエンスの展開を目指しています。

本レポートについて 皆様からのご意見をいただければ幸甚に存じます。  
今後とも、ご指導ならびにご協力を賜りますようお願い申し上げます

○SPring-8次期計画HPアドレス

[http://www.spring8.or.jp/ja/about\\_us/whats\\_sp8/spring-8\\_II/top.html](http://www.spring8.or.jp/ja/about_us/whats_sp8/spring-8_II/top.html)

○SPring-8次期計画 事務局

e-mail : [sp8-2-office@spring8.or.jp](mailto:sp8-2-office@spring8.or.jp)

## レーザー電子光ビームライン（BL33LEP）の 中間評価について

財団法人高輝度光科学研究センター  
利用業務部

現在、SPring-8に設置されている専用ビームラインは20本（18本稼働、建設中2本）あります。その中の1つ大阪大学核物理研究センターが設置したレーザー電子光ビームラインBL33LEPは、SPring-8の電子ビームと短波長レーザーを用いた逆コンプトン光ビーム施設として、平成10年の着工以来、高エネルギーレーザー電子光を用いた原子核・素粒子物理の研究が実施されて来ました。

専用ビームラインの設置については、設置計画趣意書・設置実行計画書等に記載された内容を専用施設審査委員会において科学技術的な観点からの審査を行い、SPring-8選定委員会で意見を聴いた上で、財団において承認することとしております。設置後も、同委員会において「放射光専用施設の設置計画の選定に関する基本的考え方」に基づき、その使用状況および研究成果等の中間評価・事後評価等が行われます。

上記BL33LEPは平成20年11月の次期計画の承認（設置期限6年）から3年が経過することから、専用施設審査委員会にレーザー電子光ビームライン（BL33LEP）審査専用施設専門部会を設け、平成24年1月に中間評価を行い、評価結果は、それぞれの評価項目について十分な水準にあると認められました。

その評価結果を2月に開催された第14回SPring-8選定委員会に諮り、ご意見をお伺いした上で、財団より、引き続きビームラインの運用を「継続」する旨、大阪大学核物理研究センターへ通知いたしました。

## SPring-8 利用者情報 編集委員会

委員長	牧田 知子	利用業務部
委員	田口 哲也	研究調整部
	桑野富美子	利用業務部
	辻本 繁樹	広報室
	水野 明彦	加速器部門
	増田 剛正	制御・情報部門
	竹下 邦和	光源・光学系部門
	小原 真司	利用研究促進部門
	小金澤智之	産業利用推進室
	梶 義則	安全管理室
	籠島 靖	利用者懇談会 編集幹事(兵庫県立大学)
事務局	松本 亘	利用業務部
	前川 照夫	利用業務部
	神田ゆかり	利用業務部

## SPring-8 利用者情報

Vol.17 No.1 FEBRUARY 2012

### SPring-8 Information

発行日 平成24年(2012年)2月24日

編集 SPring-8 利用者情報編集委員会

発行所 財団法人 高輝度光科学研究センター  
TEL 0791-58-0961 FAX 0791-58-0965

(禁無断転載)



SPring-8 から見た SACLA の全景  
(写真提供：(独)理化学研究所)



財団法人 高輝度光科学研究センター  
Japan Synchrotron Radiation Research Institute

〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都<sup>こうと</sup>1-1-1  
[広報室] TEL 0791-58-2785 FAX 0791-58-2786  
[総務部] TEL 0791-58-0950 FAX 0791-58-0955  
[利用業務部] TEL 0791-58-0961 FAX 0791-58-0965  
e-mail : sp8jasri@spring8.or.jp  
SPring-8 homepage : <http://www.spring8.or.jp/>