

## 専用ビームラインにおける評価・審査の結果について

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

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、台湾 National Synchrotron Radiation Research Center 及び東京大学の各専用ビームラインについて、2022 年 12 月の専用施設審査委員会で中間評価または事後評価を実施し、その結果を 2023 年 2 月開催の SPring-8 選定委員会に諮り、承認されましたので報告いたします。

### 記

#### 中間評価

- ・フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン (BL03XU)  
(設置者：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)
- ・NSRRC ID・BM ビームライン (BL12XU、BL12B2)  
(設置者：台湾 National Synchrotron Radiation Research Center)

#### 事後評価

- ・東京大学放射光アウトステーション物質科学ビームライン (BL07LSU)  
(設置者：東京大学)

詳細は、以下に示す各施設の評価報告書をご覧ください。

## フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン (BL03XU) 中間評価報告書

フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン (BL03XU) (以下、本ビームライン) は、2008年に学術研究者と企業研究者が SPring-8 の高度な光源性能を駆使してソフトマター (高分子材料) 新素材の「ものづくり」を進めるという理念により、ソフトマター製造企業と大学の対からなる 18 グループと 1 大学の計 19 グループの連合体により建設され 2010 年から本格的に運用が開始された。現在は企業 15 社と 18 大学による 15 グループで構成される組織である。基本的に企業が大学と 1 対 1 のペアで活動する産学連携共同体であり、企業単独で運営している専用ビームラインと比較すると学術寄りの部分を担っている特色がある。

現在の第二期契約期間 (2019 年 9 月～2025 年 9 月) では、高分子材料の動的構造と物性の相関物性解析のハイスループット化や極小・局所領域の構造と物性の相関物性の解析のハイスループット化ならびにビッグデータへの対応、成型品の変形機構解明のハイスループット化及びそのデータ活用、成型加工過程での高分子材料の構造物性と物性の相関解明のハイスループット化及びそのデータ活用が目標であり、ハイスループット化により実験の効率化とデータ活用を目指すものであり、本中間報告では効率化の達成状況と、高速時間分割測定によるその場観察、マイクロビームによる局所構造解析による材料の不均一構造の理解、斜入射散乱法に基づく塗工過程における薄膜中の構造形成メカニズム解明、X 線光子相関分光法によるダイナミクス解明、異常小角散乱法による成分選択的構造解析、SAXS-CT 法による 3 次元構造可視化等によるソフトマター素材の高性能化や設計指針への貢献や現象やメカニズムの解明が報告され、専用施設審査委員会 (以下、本委員会) は第二期後半も本ビームラインの設置と運用を「継続」することを勧告することが妥当であると判断した。

以下、共同体から本委員会に提出された「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 (FSBL) 第二期 中間評価報告書 (専用施設 BL03XU)」と 2022 年 12 月 7 日に開催された第 36

回専用施設審査委員会での報告及び討議に基づき、以下の点についてその評価と提言を記す。

### 1. 「装置の構成と性能」に対する評価

本ビームラインは薄膜解析用の斜入射回折装置と X 線反射率測定装置を整備した第 1 実験ハッチと、幅広い q レンジに対応でき大型の高分子製造装置も試料部分に着着できる WAXS、SAXS 手法を整備した第 2 実験ハッチにより構成されている。第一期目は、高分子材料の動的構造物性の解明や局所領域における構造物性の解明などを目標として活動を行ってきた。各企業グループが学術メンバーと連携して X 線散乱法を用いた各種計測技術を習得した結果、次の第二期目の目標として、動的構造物性の解析のハイスループット化やビッグデータへの対応などが掲げられた。第二期目の活動の結果、SAXS のカメラ長変更の自動化や各種光学系調整の省力化が実施され、300 時間程度の調整時間が削減できた点を評価する。前倒しで実施された測定のハイスループット化に対して、解析部分のハイスループット化やビッグデータ対応は未達成であり、残り期間での進展を期待する。当初目標にはなかったが、SAXS-CT や XPCS といった先進的な手法開発は評価に値する。

### 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

前契約満了に伴う利用状況評価では、安全管理面での一体性、主体性を欠いているとの指摘があった。これに対し、第一期より存在する安全委員会の全体見直しを行い、定期安全点検実施などを通して改善が図られていた。一方で、各実験課題における成果非専有/専有利用の基準が不透明である指摘に対しては、対策が十分講じられているとは言えなかった。また第二期の活動においてコロナ禍が発生し実験のための各機関からの出張に支障が出る事態が発生したが、メールインサービス (測定代行) 運用を導入して乗り切っている。ビッグデータ取扱への対応法など、将来への課題として残されていると感じられる部分は残るものの、本ビームラインは産学連合体の専用ビームラインとして順当な成果を挙げながら運用がなされているものと評価できる。

### 3. 「研究課題、内容、成果」に対する評価

研究活動の成果としては、応力下にある炭素繊維が中心部と表面部で不均一性が異なる極めて複雑な内部構造を有している事を解明したこと、ゴムの変形過程における充填剤（シリカ）の運動特性を CT 観察（SAXS-CT 法）と計算科学を融合して動的解析を行ったこと、ASAXS 法を用いてゴム中の Zn とカーボンブラックを分離して解析したこと、などが挙げられている。これらの成果は、主として学術論文として公開されており、FSBL として年平均 20 報の論文発表のペースが維持されている。期間内の 22 件の特許と合わせて十分と見ることができる。

冒頭で述べたように本ビームラインは、企業と学術が 1 対 1 のグループを組んだ結果として、大学の卒業生がコンソーシアム内の企業に就職した事例が 2019 年度より毎年 5~6 件あり、また企業のメンバーが社会人ドクターを取得した例が第一期からの通算で約 10 名、第二期以降でも 3 名の実績があった。一方で、成果専有利用時間は全体の 10%以下とのことであり、新たに導入したメールインサービスについても成果非専有の課題を実施したとのことである。企業間の競争的な領域よりはむしろ協調的な研究テーマが多かったと判断される。このように産学連携の成果は十分に認められるが、製品や事業に密接した企業の日常的な活動、競争領域への放射光の有効活用はまだ不十分と思われるので、今後、一層の活用と成果創出を期待したい。

### 4. 「今後の計画」に対する評価

第二期満了の 2025 年 10 月以降は、設備を理化学研究所に移管し、FSBL は高分子研究プロジェクトを運営する任意団体となるとのことであるので、今後、理化学研究所や JASRI と十分な協議を行ないながら新たな運営方法・体制を整備して、研究活動を進めていただきたい。また、産業利用を目的としたビームラインなので、企業間の協調領域だけでなく競争領域の課題を今後どのように扱っていくのかも積極的に検討して進めていただきたい。これを通して、各企業単位の放射光利用のアクティビティとメリットが更に高まることを期待する。

以上

## Contract Beamline NSRRC ID and BM (BL12XU, BL12B2) Interim Review Results

### General statement

National Synchrotron Radiation Research Center (NSRRC) in Taiwan constructed BL12B2 and BL12XU at SPring-8, which were launched in June 2000 and March 2001, respectively. After the 2nd renewal of the 10-year contract with SPring-8, the 3rd contract has been executed since 2020. In the term-end review of the 2nd contract in November 2019, the Review Committee suggested an interim review during the 3rd term to evaluate the progress of the major upgrades. This is a report of the interim review.

### Comments on the specified issues

#### 1. Facility Status and Developments

The Taiwan Contract Beamlines at SPring-8 (BL12XU and BL12B2) have been actively used by researchers from Taiwan, Japan, and other countries. Since the Taiwan Photon Source (TPS) commenced user operation in 2016, NSRRC has been taking the direction toward the complementary use of TPS and SPring-8. TPS is taking over the activities of standard experiments from BL12XU/B2; for example, X-ray absorption spectroscopy (XAS), X-ray diffraction (XRD), and protein crystallography (PX). On the other hand, BL12XU and B2 have shifted their targets to applications in the high energy region where SPring-8 produces higher flux. The Review Committee highly evaluates those basic plans that NSRRC determined by carefully considering the users' trend and the situations of TPS and SPring-8.

According to the basic plans, NSRRC proposed several development tasks at the term-end review in 2019. Unfortunately, the COVID-19 pandemic has given a serious negative impact on the development activities since 2020. Nevertheless, the majority of the proposed tasks have made remarkable progress. On the whole, the Review Committee gives positive evaluation on the progress of the developments, which have led to the significant improvement in the end-station performances. However, some of the tasks are obviously delayed or decided not to be done. The Committee suggests that NSRRC should make an effort not only for the

local optimization of each experimental system, but also for the total optimization of the beamlines as a user research platform. Comments from the Committee on the specific development tasks are as follows.

The BL12XU mainline is used mainly for inelastic X-ray scattering (IXS) experiments. The IXS instrument is also applicable to X-ray absorption spectroscopy in high energy-resolution fluorescence detection mode (HERFD-XAS). The BL12XU sideline is dedicated to hard X-ray photoemission spectroscopy (HAXPES). Those techniques have been widely applied to researches in the field of materials science. NSRRC proposed the following development plans in the last review in 2019 to enhance the capabilities of BL12XU in the higher-energy region and for in-situ/operando experiments:

- I. Modification of the resonant-IXS (HERFD-XAS) spectrometer.
- II. Upgrade of the Laue spectrometer for X-ray Raman scattering (XRS) using high energy X-rays.
- III. Replacement of the 15 spherical Bragg analyzers in the XRS spectrometer.
- IV. Development of in-vacuum sample holder for operando HAPXES experiments.

The Review Committee recognizes that Plan I and II have been accomplished. Now the IXS station has a world-competitive instrument with the high-resolution Bragg analyzers and unique bent Laue analyzer optimized for high-energy X-rays. The Committee encourages NSRRC to provide enough information to users in order to further promote the use of the IXS instrument. For example, the comparison of throughputs (or efficiency) between the Bragg and Laue spectrometers would be very informative. Unfortunately, Plans III and IV were not executed. It is understandable that NSRRC had to make that choice according to changes in the circumstances since 2019. The Committee suggests that NSRRC should carefully review the unexecuted plans.

BL12B2 provides research opportunities with standard methods such as XAS, powder XRD, and PX. Since the commencement of the TPS operation, NSRRC has focused more on the in-situ/operando XAS and XRD experiments

using high energy X-rays. The PX capability has been mostly transferred to TPS and BL44XU operated by the Institute for Protein Research (IPR), Osaka University. The following development plans were proposed in the last review in 2019:

- i. Monochromator modification for high energy X-rays.
- ii. End-station upgrades for high-energy XRD and projected X-ray microscopy (PXM) experiments.

The Review Committee appreciates that both plans have been mostly accomplished. Those upgrades would accelerate the high-energy and in-situ/operando activities.

## 2. Operation and Management

The facility is managed by the NSRRC Taiwan Beamline Office at SPring-8 with an onsite scientific/technical team, which is in charge of the beamline operation including maintenance, user support, and R&D for the beamline upgrade. NSRRC is also responsible for the proposal selection and safety management in close cooperation with JASRI. The Review Committee appreciates that the current system for the operation and management works well on the whole.

NSRRC has promoted the complementary use of TPS and BL12XU/B2. The standard experiments have been mostly transferred to TPS, which is more convenient for Taiwanese researchers to use. The main targets of BL12XU/B2 are directed to high-energy and in-situ/operando experiments now. The Review Committee acknowledges that the NSRRC's policy works successfully. For example, the promotion of in-situ/operando studies on energy materials at BL12B2 has led to high-profile publications. The Committee encourages NSRRC to further accelerate those efforts. For this purpose, it is hoped that NSRRC will provide further support on the onsite team and more actively collaborate with Japan-based user groups having extensive experience both at SPring-8 and TPS. It might also be useful to form a user community which can promote collaboration between Taiwanese and Japanese researchers.

## 3. Research Activities

The beamlines are open for international users and produce high-impact results. Taking the suggestions of the Review

Committee in 2016, NSRRC proceeded the strategic promotion of material sciences to increase the number of users at the beamline. It is recognized that the publication from both beamlines was significantly enhanced in 2019 and 2020, mainly due to the contribution of energy material users. Unfortunately, the number of users has drastically decreased after 2021 because of the restriction of Taiwan users' traveling due to the pandemic. As a result, ex-situ experiments were mainly performed, and in-situ/operand experiments, where the onsite presence of users is required in most cases, were not attempted/possible. Nevertheless, the beamlines kept a number of publications compared to the average level of the standard SPring-8 beamlines, and highly cited results have been continuously produced in the fields of energy materials and catalytic chemistry. It is worth noting that despite the pandemic, excellent research results have been achieved. Therefore, the Review Committee expects that user activities and productivity will recover soon after the travel restrictions are lifted. Note that as one of the measures to prevent the decline in research activities until the onsite user returns, it might be helpful to implement a system that facilitates remote experiments.

#### 4. Future Plan for the Next Phase

NSRRC presented a future plan to upgrade BL12XU/B2 by considering the complimentary use of Taiwan Light Source (TLS) and TPS. They focus on extending the active range in X-ray energy to the high-energy side at SPring-8. This direction is consistent with the beamline's target on condensed matter science and catalytic chemistry research. International users, including Taiwanese users, will be able to perform experiments in a wide energy range using these world-class synchrotron facilities. The strategy of effectively utilizing the three X-ray facilities of TLS, TPS, and SPring-8 is excellent, and the future plan of upgrade is basically well organized. Regarding the SPring-8-II project, a flexible and consistent plan that reflects current progress and possible changes in the situation has been proposed. To carry out the beamline renewal plan, the Committee recommends sharing the latest information on the source with the RIKEN and JASRI staff.

#### Conclusion

BL12B2 and BL12XU are productive beamlines operated by NSRRC Taiwan Beamline Office at SPring-8 with consideration of synergies with TLS and TPS. Although the activities are reduced due to the COVID-19 pandemic, the majority of the proposed tasks in the previous Review Committee meeting have made progress, and high impact outcomes were produced each year. The future plan presented by the NSRRC clearly shows the strategic and complementary role of BL12B2 and XU in the overall quantum beam facilities, including TLS, TPS, and ANSTO. The Review Committee appreciated their future plan considering SPring-8-II, and concluded that the continuation of contract was suitable.

### 東京大学放射光アウトステーション 物質科学ビームライン (BL07LSU) 専用施設事後評価報告書

国立大学法人東京大学シンクロトロン放射光連携研究機構が設置している東京大学物質科学アウトステーションビームライン (BL07LSU) について、2021年11月18日付文書にて東京大学における放射光利用計画の変更により、2022年度前期をもって終了する旨の申し入れがあり、2022年8月2日をもって利用を終了したことから、契約に基づき12月8日に開催した第36回専用施設審査委員会において事後評価を行った。

設置者から提出された評価に係る報告書、成果リスト、事前配布資料における委員からの質問等への回答、及び口頭による当日の発表及び質疑応答に基づき、ビームラインとステーションの構成と性能、施設運用及び利用体制、及び利用成果について、事後評価を行った。

以下、項目毎の評価・審査結果を記載する。

#### 1. 「ビームラインとステーションの構成と性能」に対する評価

本施設を構成するアンジュレータ光源は、30 m 長直線部に水平及び垂直偏光を発生する 8 の字アンジュレータを交互に 8 セグメント配置することにより、

偏光面が水平あるいは鉛直の直線偏光だけでなく任意角度の直線偏光、左右円偏光の発生と円偏光度の切り替えが可能な仕様となっており、SPring-8 初となるだけでなく世界的にも唯一の高輝度・高機能アンジュレータ光源である。高輝度の長尺アンジュレータとスリットレスの高性能軟 X 線分光器をあわせた光源の構成は高輝度と高分解能を同時に実現することができる。高速偏光スイッチングを活用した利用研究を牽引し、建設がすすむ NanoTerasu での新たな光源・ビームライン設計につなげたことは高く評価できる。

実験ステーションとしては、中間評価時に提案された次期計画に沿って各装置が高度化され、時空間分解雰囲気光電子分光、時間分解軟 X 線回折・イメージング、オペランドナノ顕微分光、共鳴非弾性散乱・回折の4つの実験装置として、さらなる整備がすすめられた。雰囲気光電子分光については、色収差を持たず分光計測に適した集光ミラー (Wolter mirror) を導入することにより、放射光ビームを  $2.7 \mu\text{m(H)} \times 0.8 \mu\text{m(V)}$  まで集光することに成功し、空間分解能を大幅に向上させるとともに分光イメージング計測を可能とした。また雰囲気を 100 mbar まで高めることで、より実環境に近い条件下での計測に成功している。フリーポートには新たに全反射ミラー光学系を導入し、全波長域で高分解能 ( $\sim 50 \text{ nm}$ ) イメージングを可能とする、軟 X 線タイコグラフィ装置を整備した。三次元走査型光電子顕微鏡ステーションでは高輝度放射光をフレネルゾーンプレートでスポットサイズは 70 nm まで集光したナノビームを二次元平面内で操作しながら光電子スペクトルをマッピングすることや、光電子の放出角度依存性を利用した深さ方向の分析を加えた三次元空間解析、及びオペランド測定を行っている。超高分解能軟 X 線発光ステーションでは、建設当時は世界最高性能である 8,000 以上のエネルギー分解能を達成し、溶液系に関する特色ある研究を展開している。また、高精度で運動量分解 RIXS 測定を行うために、試料と分光器を連動して回転させる  $\theta$ - $2\theta$  スキャン機構を導入し、本機構を用いた共鳴非弾性軟 X 線回折の測定にも成功している。

以上のように光源開発も含めて、世界的にも特色のある専用実験ステーションが開発・整備されている。生物系試料への研究展開など一部未達事項はあるも

の、VUV・SX 高輝度光源利用者懇談会を中心とした利用者の需要も取り込みつつ、ビームラインの性能向上が実施された点は評価できる。

## 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

共同利用については、東京大学物性研究所共同利用係を窓口として一般課題 (G 課題)、優先重点課題 (P 課題)、長期課題 (S 課題; 2 年間有効)、緊急課題 (U 課題; 随時申請) のカテゴリで募集を行っており、2018 年以降、平均的には年間約 70 件の申請に対して、約 40 件の課題を採択している (採択率約 57%)。審査については実験課題審査委員会 (8 人: 半数は外部委員) で公平な観点から行なっている。安全面については、実験ステーション担当者が安全教育を実施して事故を低減させているなど、中間評価時の指摘事項に基づく改善が進んでおり、安全性の向上が認められる。また新型コロナウイルス感染症対策も行なっている。

## 3. 「利用成果」に対する評価

時空間分解雰囲気光電子分光実験ステーションでは、集光ミラーを導入することにより、軟 X 線放射光を用いた元素選択的イメージングを実現している。また雰囲気の圧力を向上させて、Zn/Cu 合金表面における  $\text{CO}_2$  からメタノールを合成する反応機構を明らかにした。フリーポートでは新たに建設した軟 X 線タイコグラフィ装置により、生体試料のイメージングや磁性材料の磁区構造のイメージングを可能としている。三次元走査型光電子顕微鏡ステーションでは、産業技術総合研究所と共同し、顕微分析によりリチウムイオン電池の電極活物質と固体電解質が形成する界面における化学状態の空間分布を明らかにした。また機械学習を用いてパラメータの多いオペランド測定における測定の効率化やデータ解析の効率化もすすめている。超高分解能軟 X 線発光装置では、液晶高分子膜を通過するイオンと水分子の構造解析、自動で連続的に  $2\theta$  スキャンができることのメリットを活かし、ブラッグ回折にアシストされた特定の非弾性散乱強度の増強による磁気秩序構造の検出など、インパクトのある研究成果をあげている。

2018 年から 2022 年までの学術雑誌への発表論文

数が著名な学術雑誌を含めて 120 報、同時期における学会賞などの受賞件数 14 件、招待講演数 58 件、新聞掲載件数 13 件、特許 2 件となっており、研究成果の発表状況も優れている。教育への貢献という点でも、本施設の利用研究を元にした学位論文や若手研究者の育成、放射光科学に関する学部教育を設置組織構成員が継続的に行っている。

以上のように、本施設での研究成果はいずれも長尺アンジュレータの高輝度性を活かした極めて高い水準のものであり、光源から実験装置まで含めて本施設のみが成しえる研究成果が得られたことは高く評価できる。

2022 年 8 月 2 日をもって利用が終了しているが、長尺アンジュレータの高輝度性を活かしたイメージング装置や各種分光計測装置など、ここで開発した放射光利用技術を活かして NanoTerasu の軟 X 線ビームラインでのさらなる発展を期待したい。

以 上