

# SPring-8/SACL A

INFORMATION 利用者情報



ISSN 1341-9668 SPring-8 Document D2019-002

**Vol.24 No.1**

**Feb. 2019**

## SPring-8/SACLA Information

### 目次 CONTENTS

理事長室から ー正倉院宝物の染織品と万葉歌にみる植物染色法ー

Message from President - The Shosoin Textiles Dyed with Various Plants and Related Poets in the Manyosho on the Eighth Century -

(公財) 高輝度光科学研究センター 理事長 土肥 義治  
President of JASRI DOI Yoshiharu ..... 1

#### 1. 最近の研究から / FROM LATEST RESEARCH

専用ビームラインの研究から ～BL33XU (豊田中央研究所) ～

固体高分子形燃料電池用ガス拡散層における水分分布のオペランド X 線ラジオグラフィによる観察

Observation of Liquid Water Distribution in Gas Diffusion Layers for Polymer Electrolyte Fuel Cells by Operando X-ray Radiography

(株) 豊田中央研究所 分析部 量子ビーム解析研究室 山口 聡  
Quantum Beam Analysis Lab., Materials Analysis & Evaluation Dept., Toyota Central R&D Labs., Inc. YAMAGUCHI Satoshi  
鈴木 孝尚  
SUZUKI Takahisa  
畑中 達也  
HATANAKA Tatsuya  
(株) 豊田中央研究所 要素研究企画室  
Core Technology Planning Office, Toyota Central R&D Labs., Inc. 井田 敦巳  
トヨタ自動車 (株) FC 基盤開発部 IDA Atsushi  
Fuel Cell System Fundamental Development Div., Toyota Motor Corporation 林 大甫  
トヨタ自動車 (株) パワートレーン統括部 PT管理室 HAYASHI Daisuke  
Powertrain Administration Dept., Powertrain Management Div., Toyota Motor Corporation 菊地 克英  
(株) SOKEN SP-SES 室 KIKUCHI Katsuhide  
SP-SES Div., SOKEN, INC. 堀 良輔  
(株) SOKEN 研究 3 部 34 研究室 HORI Ryosuke ..... 2  
Research Dept34, Research & Development Div.3, SOKEN, INC.

専用ビームラインの研究から ～BL07LSU (東京大学) ～

放射光軟 X 線の偏光を利用した磁性研究

Studying Magnetism by using Polarization of Synchrotron Soft X-ray

東京大学 物性研究所 松田 巖  
Institute for Solid State Physics, University of Tokyo MATSUDA Iwao  
久保田 雄也 田久保 耕  
KUBOTA Yuya TAKUBO Ko  
山本 達 平田 靖透  
YAMAMOTO Susumu HIRATA Yasuyuki  
宮脇 淳 原田 慈久  
MIYAWAKI Jun HARADA Yoshihisa  
和達 大樹  
WADATI Hiroki ..... 7

#### 長期利用課題報告 1

革新的機能性ゼオライトの設計を目的とした生成メカニズムの時分割原子・ナノスケール解析

Time Resolved Analysis of Zeolite Formation Mechanism at Atomic and Nano Scales: Towards the Design of Novel Functional Zeolites

東京大学 大学院工学系研究科 脇原 徹  
Department of Chemical System Engineering, The University of Tokyo WAKIHARA Toru  
飯田 剛之 山田 大貴  
IIDA Takayuki YAMADA Hiroki ..... 12

#### 長期利用課題報告 2

量子ビーム実験・計算機シミュレーションと先端数学の連携による非晶質物質の体系的な理解

Systematic Understanding of Atomistic Structures of Disordered Materials by Comprehensive Integration of Experimental, Computational and Advanced Mathematics

(国) 物質・材料研究機構 先端材料解析研究拠点 / 小原 真司  
統合型材料開発・情報基盤部門 (MaDIS) 情報統合型物質・材料研究拠点 (CMI) / JST さきかたけ KOHARA Shinji ..... 18  
Research Center for Advanced Measurement and Characterization, NIMS

#### 2. 研究会等報告 / WORKSHOP AND COMMITTEE REPORT

第 14 回電子分光電子構造国際会議 (ICISS-14) 報告

Report on the 14th International Conference on Electronic Spectroscopy and Structure (ICISS-14)

(公財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 高木 康多  
Research & Utilization Division, JASRI TAKAGI Yasumasa ..... 24

第 12 回 NOBUGS 国際会議 (NOBUGS2018) 報告

12th International Conference on NOBUGS (NOBUGS2018)

(公財) 高輝度光科学研究センター 情報処理推進室 松本 崇博  
Information-technology Promotion Division, JASRI MATSUMOTO Takahiro ..... 28

第 15 回アジア結晶学連合会議 (AsCA2018) 報告

Report on the 15th Conference of the Asia Crystallographic Association (AsCA2018)

	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 Research & Utilization Division, JASRI	杉本 邦久 SUGIMOTO Kunihisa	
	(公財) 高輝度光科学研究センター タンパク質結晶解析推進室 Protein Crystal Analysis Division, JASRI	熊坂 崇 KUMASAKA Takashi	32
3. SPring-8/SACLA 通信/SPring-8/SACLA COMMUNICATIONS			
登録機関による施設利用研究活動評価の実施について			
Review of Research Activities as Registered Institution for Facilities Use Promotion			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		36
重点領域「産業新分野支援」評価報告書について			
The Reviewing Report on New Industrial Area Proposal			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		39
2015A 期 採択長期利用課題の事後評価について - 3 -			
Post-Project Review of Long-term Proposals Starting in 2015A -3-			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		41
2016A 期 採択長期利用課題の事後評価について - 3 -			
Post-Project Review of Long-term Proposals Starting in 2016A -3-			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		43
SPring-8 運転・利用状況			
SPring-8 Operational Status			
	(国) 理化学研究所 放射光科学研究センター RIKEN SPring-8 Center		45
論文発表の現状			
Statistics on Publications Resulting from Work at SPring-8			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		47
最近 SPring-8 もしくは SACLA から発表された成果リスト			
List of Recent Publications			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		51
「専用ビームライン 中間評価」について			
Interim Review Results of Contract Beamlines			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		71
放射線安全教育の時間数変更及び e-ラーニング受講システムの運用開始について			
Change to Duration of the Radiation Safety Training Course and Start of the E-learning System			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		77
利用系グループ活動報告			
タンパク質結晶解析推進室 タンパク質構造解析促進グループ			
Activity Reports - Structure Analysis Promotion Group, Protein Crystal Analysis Division			
	(公財) 高輝度光科学研究センター タンパク質結晶解析推進室 Protein Crystal Analysis Division, JASRI	熊坂 崇 KUMASAKA Takashi	79
4. 談話室・ユーザー便り/USER LOUNGE・LETTERS FROM USERS			
ESRF での実験を通して見えたもの			
The Training Abroad Report			
	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 Research & Utilization Division, JASRI	河口 沙織 KAWAGUCHI Saori	82
SPring-8 ユーザー協団体 (SPRUC) 四季報			
SPRUC Communications			
	SPring-8 ユーザー協団体 (SPRUC) 会長/関西学院大学 理工学部 School of Science and Technology, Kwansai Gakuin University	水木 純一郎 MIZUKI Jun'ichiro	88
5. 告知板/ANNOUNCEMENTS			
第 27 回 SPring-8/SACLA 施設公開のご案内			
Announcement of SPring-8 & SACLA Open House			
			90

## 正倉院宝物の染織品と万葉歌にみる植物染色法

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
理事 長 土肥 義治



第 69 回正倉院展が昨秋に奈良国立博物館で開催された。毎回数十点の宝物が展覧され、8 世紀天平期の美術工芸品や書巻文書を鑑賞することができ、訪れた方も多いと思う。正倉院の収蔵品は整理済みのものだけでも 9,000 点に達し、

それらの詳細を正倉院 HP や正倉院紀要にて確認できる。1,200 年以上も、多くの収蔵品が良好な状態で残されたことは、歴史の奇跡と言えよう。正倉院を訪れて、「天平の遺品の残る地に立ちて正倉院の僥倖思ふ」と歌を詠んだ。

今回は、正倉院宝物の染織品と植物染色法について述べたい。2015 年度から 4 年間にわたり、SPring-8 共用ビームライン重点研究課題として、社会・文化のための利用領域を設定し、文化財科学、環境科学、古生物学などの研究者らによる SPring-8 利用の促進を図った。学術利用、産業利用に続く、第 3 の柱として社会・文化利用が進展することを期待している。文化財科学の研究対象として天平期の染織品を挙げたい。その理由は、第一に織物、染色、文様の各技術が天平期に完成の最高域に達していたこと、第二に植物染料による染色技術の再興が望まれていること、第三に正倉院古裂の整理が進み多種多様な染織品が存在することである。

正倉院染織品は、服飾、衣服、幡、敷物、袋、組紐など多様であり、そして多彩であり、今日においても鮮やかな色彩を放っている。古代の代表的な植物染料として、赤色の茜、紅花、黄色の黄檗、刈安、紫色の紫根、青色の藍、茶色の椶、柿などがある。茜からブルプリン、黄檗からベルゾリン、刈安からルテオリン、

紫根からシコニン、藍からインジゴ、椶や柿からタンニン酸が色素として抽出される。茜、刈安、紫根、椶、柿を用いる染色において、金属イオンが色素分子と錯体を形成する媒染作用のために、金属イオンを介して繊維と色素が強く結合する。一方、紅花から抽出される紅色素カルタミンは、金属イオンと錯体を形成しない単色性染料であるために、染織品が退色すると考えられてきた。しかしながら、紅花染めの正倉院染織品の一部は、今も鮮やかな赤色を保持しており、その理由を知りたいものである。

古代において、染師たちは植物から抽出される色素の分子構造を知ることもなく、長年の試行錯誤の作業を経て、8 世紀には植物色素の抽出法や媒染剤の使用法などの高度な染色技術を完成させたことは驚異的である。30 種類以上の染色材料が、養老律令の施行細則を集大成した延喜式の第 14 巻縫殿寮の雑染用度の条に記載されている。また、8 世紀後半に編集された万葉集には、染色に関する多くの歌が収録されている。それらから民謡と大伴家持の短歌二首を紹介して参考に供したい。これらの歌は、天平期において貴族のみならず庶民も植物染色の手法と特徴を広く理解していたことを示している。

紫は灰さすものそ海石榴市の八十のちまたに

逢へる児や誰

(紫の染色には灰を入れるものよ。灰にする椿の名を持つ市の辻で逢ったあなたは何という名か)

紅は移ろふものそ椶の馴れにし衣になほしかめやも

(紅色は華やかだが色が直ぐにあせるよ。地味だが堅固なつるばみ色に染めた衣にどうして及ぶことがあろう)

専用ビームラインの研究から  
 ～BL33XU（豊田中央研究所）～

## 固体高分子形燃料電池用ガス拡散層における水分布の オペランド X 線ラジオグラフィーによる観察

株式会社豊田中央研究所 分析部 量子ビーム解析研究室  
 山口 聡、鈴木 孝尚  
 株式会社豊田中央研究所 要素研究企画室 畑中 達也  
 トヨタ自動車株式会社 FC 基盤開発部 井田 敦巳  
 トヨタ自動車株式会社 パワートレイン統括部 PT 管理室  
 林 大甫  
 株式会社 SOKEN SP-SES 室 菊地 克英  
 株式会社 SOKEN 研究 3 部 34 研究室 堀 良輔

### Abstract

固体高分子形燃料電池の高出力化の妨げとなっているフラッディング（多孔電極の細孔内に凝縮した水によって酸素拡散が阻害されることに起因する出力低下現象）を観察するために、BL33XU にオペランド X 線ラジオグラフィー装置を開発した。この装置により、酸素還元反応により水が生成するカソードで、電極最表層であるガス拡散層の断面方向にわたる凝縮水分布を、ピクセル解像度  $1.3 \mu\text{m}$ 、時間分解能 1.6 秒（露光時間 1 秒）で観察した。カソードガス拡散層の違いによる出力差を、観察された水分布の違いから電極面直方向および面内方向の酸素拡散阻害を推定することで説明した。

### 1. はじめに

クリーンで高効率な移動用電源として、固体高分子形燃料電池（polymer electrolyte fuel cell: PEFC）が注目されている。PEFC は、世界初の量産燃料電池車（fuel cell vehicle: FCV）として 2014 年 12 月にトヨタが生産を開始した MIRAI に搭載されている。PEFC を高出力化することは、MIRAI に続く普及フェーズの FCV に向けて必須である<sup>1)</sup>。PEFC とは、図 1 に示すように、固体高分子電解質膜の両側を電極ではさみ、一方の電極に燃料として水素、他方の電極に酸化剤として空気を供給して発電する装置である。このユニットをセルと呼び、一方の電極から他方の電極までを電極-電解質接合体（membrane-electrode assembly: MEA）と呼ぶ。水素を供給した電極はアノードとなり、水素酸化反応が起こってプロトンと電子とが生成される。生成されたプロトンは電解質膜を、電子は外部回路を

通って空気を供給した電極（カソード）に到達し、そこで酸素還元反応が起こって水を生成する。典型的な電極は 3 層構造となっており、電解質膜に近い側から順に、触媒層、撥水層、拡散層基材

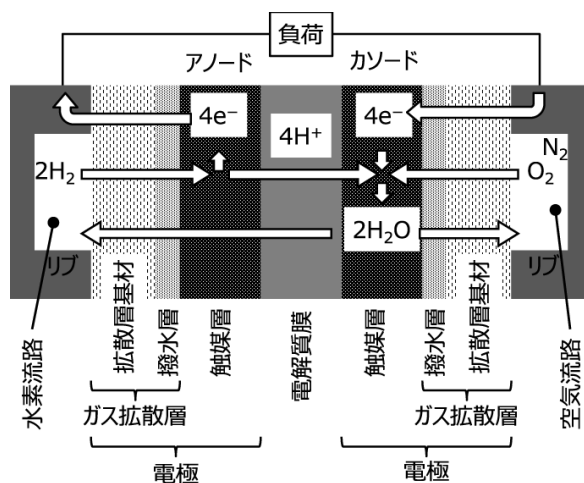


図 1 固体高分子形燃料電池の模式図。層厚さの比率は実際と異なる。

と呼ばれている。撥水層から拡散層基材までをガス拡散層 (gas diffusion layer: GDL) と呼ぶ。典型的な触媒層は、カーボンブラックなどの電子伝導性担体に白金族元素からなる電極触媒ナノ粒子が担持された触媒粉と、プロトン伝導性高分子電解質とからなる多孔電極である。担体のネットワークが電子の、高分子電解質のネットワークがプロトンの、細孔のネットワークが水素、酸素、水の経路となり、電極反応が電極触媒と高分子電解質との界面で起こる。典型的な撥水層は、電子伝導性ナノカーボンとポリテトラフルオロエチレン (PTFE) とで構成された、厚さ数十  $\mu\text{m}$  から百数十  $\mu\text{m}$  の多孔体である。典型的な拡散層基材では、バインダで結着したカーボン繊維の多孔体が PTFE で撥水化されており、厚さは百ないし数百  $\mu\text{m}$  である。撥水層、拡散層基材の電子伝導性材料は電子の、細孔は水素、酸素、水の経路となる。

PEFC には、運転電流密度を上げるほどセル電圧が下がるという特性がある。セルの高出力化を目指すにあたっては、セル電圧を下げる要因を特定して対策を立てなければならない。セル電圧を下げる要因には、触媒活性、オーム抵抗、物質輸送の3つがある。本研究は、物質輸送を対象としている。物質輸送が特に問題となるのは、酸素還元反応が起こる電極である。酸素輸送と電圧低下とは、次のような関係になっている。

(i) GDL を通っての電極触媒への酸素供給は、主に拡散によるもので、これは濃度勾配を駆動力としている。(ii) 運転電流密度を上げると、それに対応して酸素拡散流束が増え、濃度勾配が急になり、その結果電極触媒表面での酸素濃度が低くなる。(iii) 低酸素濃度下でも所定の電流密度となるよう電極反応速度を維持する反応駆動力を得るために、電圧が下がる。

拡散による酸素濃度低下は、GDL を通過する際の有効拡散係数で特徴づけられる。有効拡散係数を下げる因子には、GDL の多孔構造と、さらに PEFC に特徴的な現象として、GDL の細孔内に存在する液体の水 (液水と呼ぶ) とがある。液水による有効拡散係数低下は、特に、運転電流密度が高い時、すなわち単位時間当たりの生成水量が多い時や、セル温度が低くて水蒸気圧が低い時に顕著になる。

液水による出力低下は、フラドディングと呼ばれており、実用化に向けた開発当初から PEFC の克服課題

として認識されていた<sup>12)</sup>。世界的には、計算による液水分布予測<sup>13-18)</sup>やイメージングによる液水分布観察<sup>19-12)</sup>が進められて来ている。著者らは、液水分布予測技術への展開をねらい、SPring-8 豊田ビームライン BL33XU に PEFC オペラント X 線ラジオグラフィー装置を構築した。

## 2. 装置

図 2 に、オペラント X 線ラジオグラフィー用セル治具の概念図を示す。GDL は、大きさが X 線透過方向に 6 mm、それと垂直方向に 4.05 mm の長方形である。MEA は黒鉛材製の流路兼集電体で挟まれた上で MEA の表面が鉛直になるように設置されており、流路は、ガスが GDL 表面を流れる方向と X 線透過方向とが同じになるように設けられている。黒鉛材周囲は、ガス漏れを起こさないように接着剤で固めてある。黒鉛材の大きさは、X 線透過方向に 10 mm である。これらの寸法は、液水の定量化精度と MEA の取り扱いやすさから決めた。黒鉛材は、内側から外側に向かって、端子板、絶縁板、エンドプレートで挟まれている。端子板には金メッキが施され、黒鉛材との接触抵抗低減が図られている。セルを加熱するヒータおよび温度測定用の熱電対はエンドプレートに挿入されている。エンドプレートとセルとの温度差は、オフライン実験で校正してある。

セルには、窒素、酸素-窒素混合ガスおよび水素が導入できるようになっている。窒素は漏れ試験、反応ガスの排出、配管やセル内部の乾燥、不活性雰囲気での実験に使う。酸化剤ガスは、酸素、窒素それぞれの

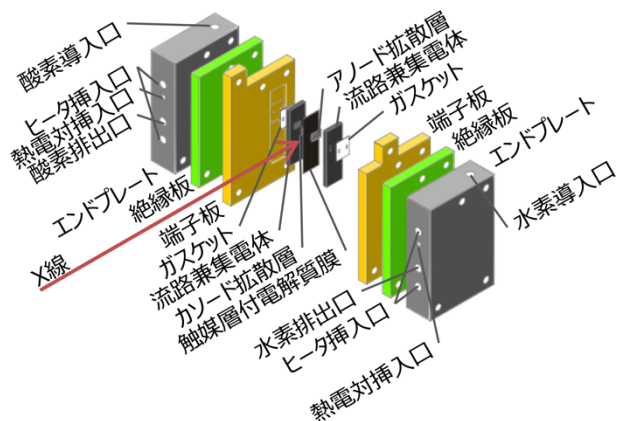


図 2 オペラント X 線ラジオグラフィー用セル治具の概念図。

流量をマスフローコントローラで調節して混合することで、任意の酸素濃度が実現できるように設計してある。これにより、大面積セルで起こりうる、空気入口付近の大気組成から、空気出口付近の低酸素濃度に及ぶ条件まで実現できる。ガスは、セル導入直前で、温度制御したバブラを通ることで加湿される。バルブ操作により、バブラを通さず、乾燥したままのガスを流すこともできる。なお、反応に使われなかった水素は、セル下流で大量の空気と混合された上で触媒燃焼装置を通して水になり、建屋外への排出ダクト内で濃度が400 ppm未満となるように処理される。

セルの電圧/電流制御には、ポテンシオスタット/ガルバノスタット (potentiostat/galvanostat, PS/GS, HA-151B, 北斗電工) を用いた。PS/GS の外部入力電圧をハッチ外から入力するよう配線し、ハッチ外に設置した任意関数発生器 (HB-305, 北斗電工) を用いて、ハッチ外から PS/GS を操作した。

ラジオグラフィーには、Si 111 二結晶分光器で単色化したエネルギー11.4 keV の単色 X 線を用いた。このエネルギーは、触媒層に含まれる白金の  $L_{\alpha}$  吸収端よりわずかに低エネルギー側であり、白金による X 線吸収を抑えつつ水を認識しやすい条件として選択した。X 線カメラ (浜松ホトニクス製、レンズカップリング型、CMOS センサーは ORCA-Flash4.0) は、GDL の端に 7 mm の距離まで近づけた。これにより、サンプルによる透過 X 線の屈折効果をできる限り抑えた吸収像を得た。ピクセル解像度は 1.3  $\mu\text{m}$  を使い、1 秒の撮像を約 1.6 秒毎に行った。セル内の水の量は、乾燥状態および運転中の透過像における透過 X 線強度  $I_{\text{dry}}$  および  $I_{\text{op}}$  の変化分が、液水による吸収の差のみに起因すると仮定し、等価な液水の厚さ  $t$  として、

$$t = \frac{1}{\mu} \ln \frac{I_{\text{dry}}}{I_{\text{op}}} \dots\dots\dots (1)$$

により求めた。ここで、 $\mu$  は液水の質量吸収係数である。なお、膜および触媒層中の高分子電解質は、含水によって膨潤する。膨潤により GDL の位置が乾燥状態に対してずれるため、液水の厚さを算出する際は、GDL 基材の多孔構造を反映して現れる濃淡を基準に位置合わせを行った。

### 3. 実験

カソード GDL のみ異なる 2 種類のセル A, B について、同じ電流密度での拡散層基材内の液水分布を比較した (課題番号: 2015A7109)。セルを 53°C とし、アノードに水素を、カソードに酸素-窒素混合ガスをそれぞれ大過剰で供給した。ガスの背圧は大気圧とした。ガス加湿用のバブラの水温は、アノード、カソードでそれぞれ 52.5、57.5°C とした。その上で、電流制御でセルを運転しながら、X 線透過像を撮影した。電流は、ゼロから物質輸送による電圧低下が顕著になるところまで掃引した後、10 分間保持し、最後に電流ゼロまで 2 分かけて掃引した。

### 4. 結果および考察

同じ電流密度で所定時間保持した後のセル電圧を比較したところ、セル A はセル B より高かった。図 3 に、カソード拡散層基材について、式(1)によって求めた液水厚さを示す。いずれのセルでも、液水量は、流路に面した領域 (流路下と呼ぶ) に比べて黒鉛材集電体に接した領域 (リブ下と呼ぶ) の方が多いことが分かる。触媒層は反応に伴って発熱するため、面直方向では触媒層から GDL 表面に向けて温度が下がる。黒鉛材の温度は外部から制御されているのに対し、流路を流れるガスや液水で持ち去ることができる熱は限られているため、リブ下は流路下より温度が低くなる。飽和蒸気圧は温度とともに上昇するため、温度の低いリブ下ではより水が凝縮しやすく、その結果液水量が流路下より多くなると考えられる。

セル A, B の電圧差と液水分布との関係を考察する。

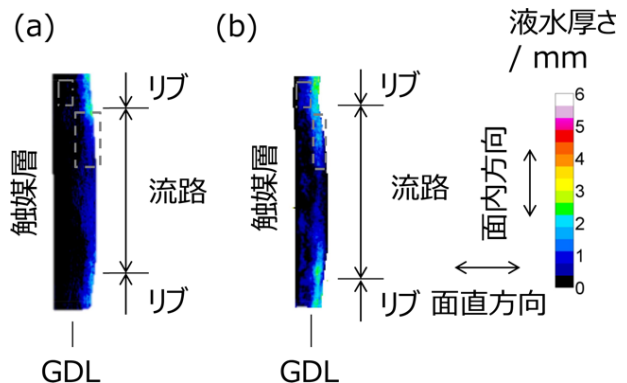


図 3 カソード GDL 内の液水分布。流路、リブ、カソード触媒層からアノード拡散層までの領域は削除してある。(a) GDL A。(b) GDL B。

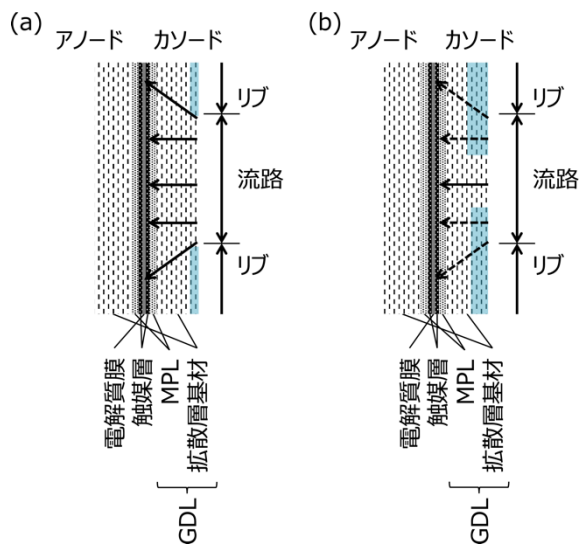


図4 液水による酸素拡散阻害の模式図。水色部分は液水が存在することを示す。ただし、アノードGDLの水分布は表示していない。矢印は酸素拡散を、点線矢印は液水による酸素濃度低下が顕著であることを示す。(a) GDL A。(b) GDL B。

図3より、セルAよりセルBの方が、カソードGDL内のリブ下を中心に、液水の多い領域が面内方向（図の上下方向）に広がっていることが分かる。特に、流路下のリブ下寄りの部分（図3の点線で囲った領域）で、セルAはBより液水量が少ない。この領域では、AではBより酸素の有効拡散係数が大きく、流路からGDL基材に酸素が移動した後、酸素がGDL基材を触媒層に向かう向き（図の左向き）に拡散する時の濃度低下が小さいと考えられる（図4参照）。

さらに、セルAでは、リブ下のGDL基材中、撥水層との境界付近に、Bより液水量が少ない領域があることが分かる（図3の一点鎖線で囲った領域）。この液水分布の差により、AはBより酸素が基材部を流路下からリブ下へ拡散する時の濃度低下が小さくなり、AはBよりリブ下の酸素濃度が高く保たれ、セル電圧が高くなっていると考えられる（図4参照）。

## 5. まとめ

BL33XU に PEFC 用オペランドラジオグラフィー装置を構築し、セル断面方向の GDL 内液水分布を観察した。カソード GDL のみ異なるセルの液水分布の違いから触媒層の酸素濃度分布差を推定し、同じ電流密度でのセル電圧差を説明した。液水量の多いところ

での酸素濃度低下が大きいと考えることにより、セル電圧の高低が説明できることを示した。

セル電圧を決める水分布は、物質や熱輸送のバランスが成立したところで決まる。リブ下の酸素濃度が流路下の酸素濃度より低い場合、典型的には、リブ下の電流密度は流路下より低くなり、その結果、単位時間当たりの生成水量はリブ下で少なく、流路下で多い。他方、排水のための移動距離は、リブ下の方が流路下より長いため、排水抵抗はリブ下からの方が流路下からより高く、その結果リブ下の水は滞留しやすい。GDL の温度は、リブに接している部分ではリブの温度に等しく、この部分で GDL 温度は最低となり、前述の通り最も水が凝縮しやすいと考えられる。この低温領域の広がり、GDL 面内方向の熱伝導度が高いほど流路下に広がると考えられる。さらに、反応速度分布は過電圧分布を伴うため、局所的な電流密度と過電圧との積で与えられる触媒層での発熱量は面内で分布し、これが GDL の温度分布に影響する。これらのバランスへの理解は、ラジオグラフィーによる液水分布観察結果と計算による液水分布予測との比較をすることで深まると考える。観察結果によって計算予測精度の検証がなされることで、セル内の物質移動モデルが改良され、より効果的なフラッディング対策につながっていくと考える。

## 参考文献

- [1] D. Hayashi *et al.*: *SAE Technical Paper* (2017) 2017-01-1188.
- [2] D. M. Bernardi: *J. Electrochem. Soc.* **137** (1990) 3344-3350.
- [3] D. Natarajan and T. V. Nguyen: *J. Electrochem. Soc.* **148** (2001) A1324-A1335.
- [4] T. Berning and N. Djilali: *J. Electrochem. Soc.* **150** (2003) A1589-A1598.
- [5] Y. Wang and C.-Y. Wang: *J. Electrochem. Soc.* **153** (2006) A1193-A1200.
- [6] X. D. Niu, T. Munekata, S. Hyodo and K. Suga: *J. Power Sources* **172** (2007) 542-552.
- [7] J. T. Gostick, M. A. Ioannidis, M. W. Fowler and M. D. Pritzker: *J. Power Sources* **173** (2007) 277-290.
- [8] P. A. García-Salaberri, J. T. Gostick, G. Hwang, A. Z.



- Weber and M. Vera: *J. Power Sources* **296** (2015) 440-453.
- [9] M. C. Hatzell *et al.*: *J. Electrochem. Soc.* **158** (2011) B717-B726.
- [10] P. Deevanhxay, T. Sasabe, S. Tsushima and S. Hirai: *Electrochem. Comm.* **34** (2013) 239-241.
- [11] J. Eller, J. Roth, F. Marone, M. Stampanoni and F. N. Büchi: *J. Electrochem. Soc.* **164** (2017) F115-F126.
- [12] R. Banerjee *et al.*: *J. Electrochem. Soc.* **164** (2017) F154-F162.

堀 良輔 HORI Ryosuke

(株) SOKEN 研究3部 34研究室  
〒470-0111 愛知県日進市米野木町南山 500-20  
TEL : 0561-57-0447  
e-mail : ryosuke\_hori@soken1.denso.co.jp

BL33XU (豊田ビームライン) のホームページ  
<https://www.tytlabs.co.jp/company/facilities.html>

山口 聡 YAMAGUCHI Satoshi

(株) 豊田中央研究所 分析部 量子ビーム解析研究室  
〒480-1192 愛知県長久手市横道 41-1  
TEL : 0561-71-7743  
e-mail : s-yamaguchi@mosk.tytlabs.co.jp

鈴木 孝尚 SUZUKI Takahisa

(株) 豊田中央研究所 分析部 量子ビーム解析研究室  
〒480-1192 愛知県長久手市横道 41-1  
TEL : 0561-71-7872  
e-mail : takahisa@mosk.tytlabs.co.jp

畑中 達也 HATANAKA Tatsuya

(株) 豊田中央研究所 要素研究企画室  
〒480-1192 愛知県長久手市横道 41-1  
TEL : 0561-71-7104  
e-mail : t\_hatanaka@mosk.tytlabs.co.jp

井田 敦巳 IDA Atsushi

トヨタ自動車 (株) FC 基盤開発部  
〒471-8571 愛知県豊田市トヨタ町 1  
TEL : 050-3165-6472  
e-mail : atsushi\_ida@mail.toyota.co.jp

林 大甫 HAYASHI Daisuke

トヨタ自動車 (株) パワートレーン統括部 PT 管理室  
〒471-8571 愛知県豊田市トヨタ町 1  
TEL : 050-3166-2236  
e-mail : daisuke\_hayashi\_ac@mail.toyota.co.jp

菊地 克英 KIKUCHI Katsuhide

(株) SOKEN SP-SES 室  
〒470-0111 愛知県日進市米野木町南山 500-20  
TEL : 0561-57-0533  
e-mail : KATSUHIDE\_KIKUCHI@soken1.denso.co.jp

専用ビームラインの研究から  
～BL07LSU (東京大学)～

## 放射光軟 X 線の偏光を利用した磁性研究

東京大学 物性研究所

松田 巖、久保田 雄也、田久保 耕、山本 達  
平田 靖透、宮脇 淳、原田 慈久、和達 大樹

### Abstract

東大物性研ビームライン SPring-8 の BL07LSU の放射光軟 X 線光源において、偏光を高速な周期 (10–30 Hz) で変化させる偏光スイッチングを利用し、ロックイン検出によって X 線磁気光学測定を行った。偏光スイッチングを用いると、多層膜ミラーと軟 X 線検出器を真空チャンバー内で回転させることなく、X 線磁気カー回転角を得ることができ、鉄の薄膜で得られた結果は第一原理計算により再現されている。このように偏光スイッチングによる X 線磁気光学カー効果と X 線磁気円二色性の測定に成功し、従来では測定が困難であった微弱な信号を持つ磁性体に対しても X 線磁気光学測定によってその磁氣的性質を明らかにできるようになった。さらには時間分解 X 線磁気円二色性測定にも成功し、今後の系統的な磁性体のスピンドYNAMICS 研究につながる結果が得られた。

### 1. はじめに

物質科学は、物性物理学と化学の融合領域にある基礎学問として重要であるだけでなく、今後の環境にやさしい未来型の省資源社会を構築するために不可欠である。これまでの 20 世紀の物質科学は、物質内の電子の自由度のうち電荷を用いるものが主流であり、これが半導体などのエレクトロニクスであった。21 世紀に入り、電子の自由度のうちスピンを用いるスピントロニクスが大いに研究されている。スピンは電荷と違い散逸が少ないことから、ロスの少ない輸送が物質内で実現し、省エネルギーに貢献することが大いに期待されている。

スピントロニクスにおいて常に問題となるのは、磁気秩序状態をどのように観測するのか、である。我々は、放射光 X 線を用いた磁気光学効果による磁性研究を推進している。特に、軟 X 線を用いた X 線磁気円二色性 (XMCD) や X 線磁気光学カー効果 (XMOKE) の測定により、磁性材料の主役である 3d 電子系遷移金属やその化合物に対し、吸収端のエネルギーを使うことで元素ごとに磁性の情報を得ることを目指している。

これらの手法では、弱強磁性体や希薄磁性半導体のような磁化の小さい試料を測定する際に精度の点で大きな困難を抱えている。例えば、XMCD は軟 X 線の元素吸収端近傍における吸収もしくは反射の、互いに偏光状態が異なる入射光に対するスペクトルの差分をとるという形でスペクトルを得るため、その差分が微小である場合には精度を上げるのが難しくなる。また XMOKE についても偏光の回転角が微小である場合には測定は困難となる。

本研究ではこれらの問題を解決するため、東大物性研ビームライン SPring-8 の BL07LSU の放射光軟 X 線光源において、偏光を高速な周期 (10–30 Hz) で変化させる偏光スイッチングを利用し、ロックイン検出によって X 線磁気光学測定を高精度で行うことを目指した。これにより、従来では測定が困難であった微弱な信号を持つ磁性体に対しても X 線磁気光学測定によってその磁氣的性質を明らかにできるようになり、物質中の電子の振る舞いの解明という基礎物理学の進展へ寄与できる。さらに、応用においても次世代のデバイス開発にとって不可欠なスピントロニクスの発展につながる研究である。

2. SPring-8のBL07LSUにおける軟X線の偏光制御

東大物性研ビームラインである SPring-8 BL07LSU<sup>[1]</sup>では、挿入光源として図 1(a)-(c)に示すクロス型アンジュレータを用いている。図 1(a), (b)に示すように、これは水平直線偏光用の figure-8 アンジュレータと垂直直線偏光用の figure-8 (figure-∞) アンジュレータという 2 つのタイプのアンジュレータから成っている。それぞれ電子軌道が 8 の文字と ∞ の文字に似ているためにこのように呼ばれる。図 1(c)に示すように、4 つの figure-8 アンジュレータと 4 つの figure-∞ アンジュレータが交互に並んでいる。水平直線偏光は 4 つの figure-8 アンジュレータから、垂直直線偏光は 4 つの figure-∞ アンジュレータから作られ、直線偏光度は 100%である<sup>[1]</sup>。7 つの位相シフト器が figure-8 と figure-∞ のアンジュレータの間に置かれており、水平と垂直の電場成分の位相差をつけることができる。こうして、直線偏光だけでなく左右円偏光、楕円偏光なども作り出すことができる。

位相シフトとして電磁石コイルからの磁場を使うと、連続的な位相のシフトが実現する。図 2 に正弦波の交流電流を用いた様子を具体的に示す。図 2(a)は位相差の時間変化を示す。軟 X 線の偏光は直線偏光→右円偏光→直線偏光→左円偏光→直線偏光→…と変化する。このような偏光を持つ軟 X 線を用いて磁気光学

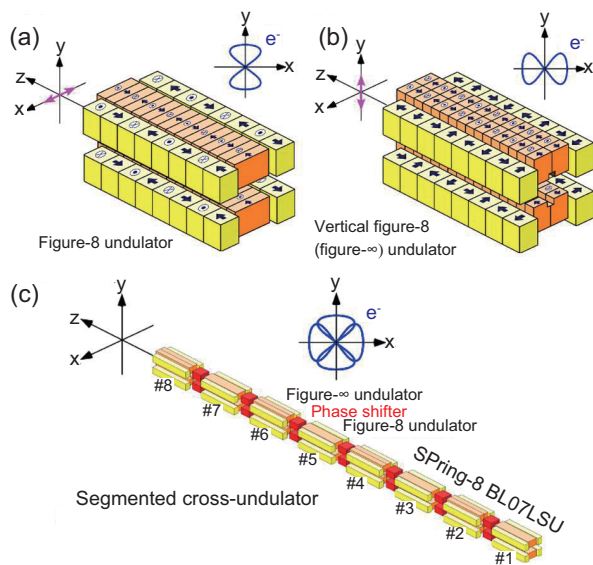


図 1 figure-8 アンジュレータ(a)と、垂直の figure-8 (figure-∞) アンジュレータ(b)の概念図。(c) SPring-8 BL07LSU のクロス型アンジュレータの概念図。文献[1,2]より。

効果測定を行うと、楕円率が(b)の XMCD により周波数  $p$  の成分として現れ、(c)のカー回転角が周波数  $2p$  の成分として現れる。このようにして、 $p$  と  $2p$  成分の抽出により、楕円率とカー回転角が同時に測定できる。このようなシグナルは、ロックインアンプを含む測定系の確立により、高精度で測定できるようになった。例を次の 3 章で示す。

3. 偏光スイッチングによる XMOKE 測定

偏光スイッチングによる XMOKE 測定の具体的な結果について述べる。測定システムは、図 3 のような偏光解析装置となる。これは多層膜ミラーと軟 X 線検出器 (マイクロチャンネルプレート:MCP) から成っている。偏光スイッチングを用いない場合、反射した軟 X 線の偏光解析は、多層膜ミラーと軟 X 線検出器を真空チャンバー内で回転させることによって行う。すなわち、多層膜ミラー (Analyzer) で反射された軟 X 線の強度を軟 X 線検出器 (Detector) を用いて図 3 中の  $\chi$  の関数として測定することにより、カー回転角 ( $\theta_K$ ) を決定することができる。

ここで、Ta/Cu/Fe/MgO のヘテロ構造に対する測定結果を示す<sup>[2,3]</sup>。マグネトロンスパッタリング法により MgO(001)基板上に 30 nm の厚さの鉄のナノ薄

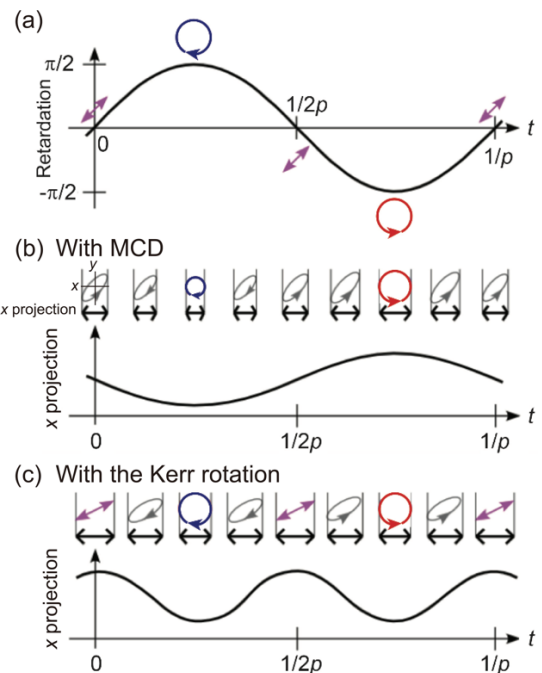


図 2 (a) 位相差の時間変化と軟 X 線の偏光。(b), (c)  $p$  成分が XMCD,  $2p$  成分がカー回転角となる。文献[4]より。

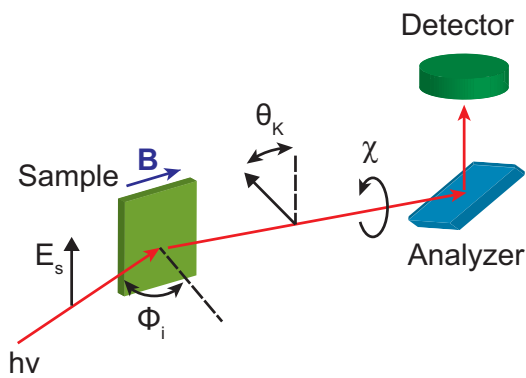


図3 XMOKE 測定の測定システム。文献[3]より。

膜を成長させ、タンタル 2 nm と銅 2 nm を鉄の酸化を防ぐためにつけている。この薄膜は面内が容易磁化軸である。測定には Fe  $L$  端近傍の軟 X 線エネルギーを用いた。入射 X 線のエネルギーは Fe  $L_3$  端の 709 eV と  $L_2$  端の 722 eV である。図 4 に示す結果が得られ、反射 X 線の強度依存から、鉄ナノ薄膜のカー回転角は 709 eV で s 偏光の時  $18^\circ$ 、p 偏光の時  $14^\circ$  であり、722 eV で s 偏光の時  $7^\circ$ 、p 偏光の時  $6^\circ$  である。カー回転角は  $L_3$  端と  $L_2$  端で同程度の値を示し、両端で符号が異なる。さらに、s 偏光と p 偏光でも符号が異なる。得られたカー回転角は可視光の場合よりも大きい結果となっている。

偏光スイッチングを用いると、多層膜ミラーと軟 X 線検出器を真空チャンバー内で回転させることなく、2 章で述べたように楕円率が p 成分、カー回転角が 2p 成分として得ることができる。

図 5(a), (b) に得られたカー回転角と楕円率を示す。得られたカー回転角は最大で  $10^\circ$  程度であり、 $L$  端での共鳴の効果により可視光領域の数十倍の大きさとなった。得られた結果は第一原理計算により再現されている。このように、偏光スイッチングによる XMOKE と XMCD 測定に成功した。

#### 4. 時間分解 XMCD 測定

SPring-8 BL07LSU において、軟 X 線の偏光を活用したもう一つの研究が、時間分解 XMCD および共鳴軟 X 線散乱である。ここでは特に、強磁性を示す合金である FePt 薄膜の時間分解 XMCD を紹介する<sup>[4]</sup>。FePt 薄膜は、室温で強磁性を示し、面直方向に磁化が向きやすい垂直磁化膜であるため、基礎的にも応用的にも多

くの研究がなされている。この物質にレーザーを照射することで磁化を消す消磁のダイナミクスの観測を行った。

我々は検出器として MCP を用い、部分電子収量法 (PEY) および蛍光法による時間分解 XMCD 測定を可能とした。MCP は検出面に + 電場を印可すると試料から放出される光電子を検出し、- 電場を印可すると電子を跳ね返しフォトン (蛍光) を検出することができる。

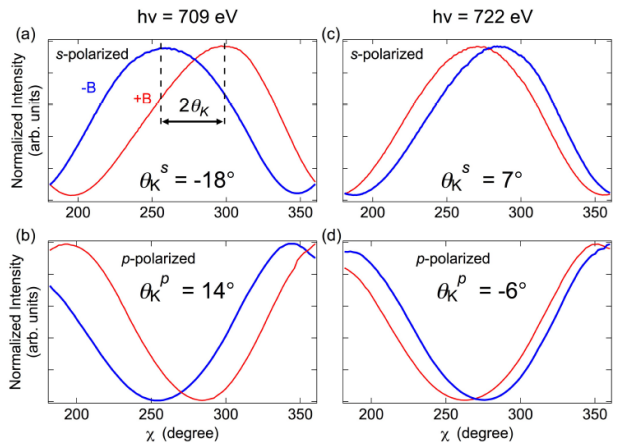


図4 Fe ナノ薄膜のカー回転角の決定。709 eV の s 偏光(a)と p 偏光(b)、722 eV の s 偏光(c)と p 偏光(d)。文献[2]より。

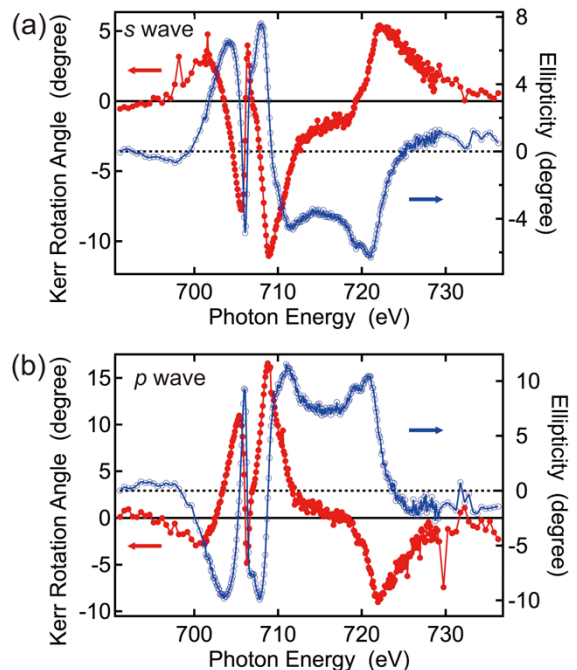


図5 鉄ナノ薄膜に対する XMOKE 測定。(a)では s、(b)では p 偏光の入射軟 X 線に対応する。文献 [4]より。

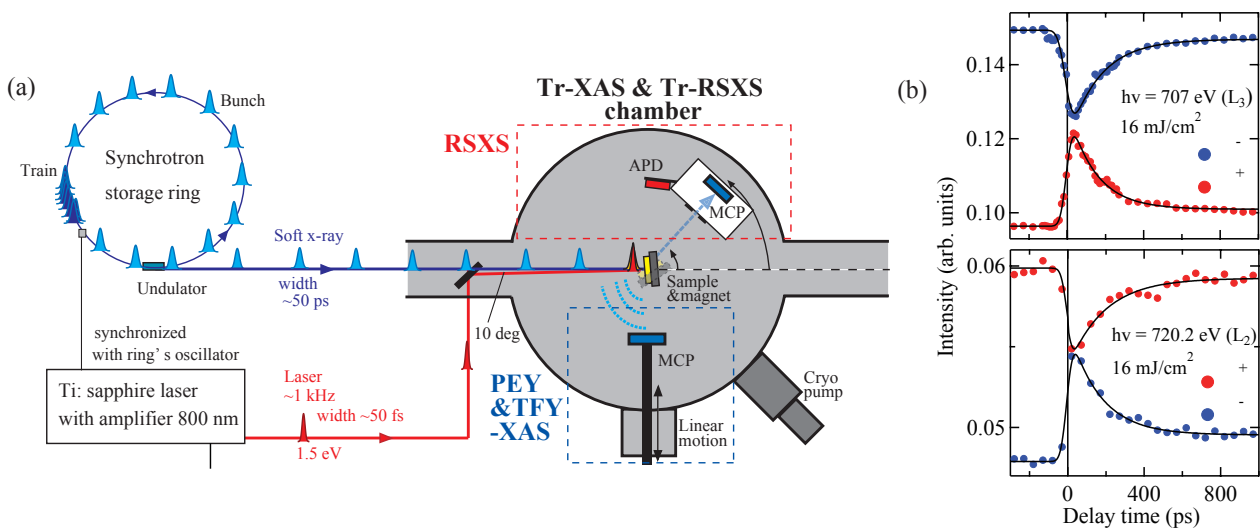


図6 (a) SPring-8 BL07LSUにおける時間分解 XMCD および共鳴軟 X 線散乱測定装置。(b) FePt 薄膜の時間分解 XMCD 時間発展プロファイル (上図 Fe  $L_3$  端、下図  $L_2$  端)。文献[5]より。

図 6(a)に示す実験配置により、時間分解 XMCD 測定を行った。 $2\theta$  回転器上の MCP によって時間分解共鳴軟 X 線散乱測定を、直線導入器上の MCP によって時間分解 XMCD 測定を行うことが可能である。BL07LSU のレーザーステーションから実験チャンバーに放射光と同期したパルス幅 50 fs のチタンサファイアレーザー (波長: 800 nm、エネルギー: 1.55 eV) をポンプ光として導入し、ポンププローブ法による時間分解測定を行った。一方で、SPring-8 の単一バンチ幅は約 50 ps であるため、時間分解能も約 50 ps となる。時間分解測定の繰り返し周波数はポンプレーザーの周波数である 1 kHz である。ポンプ光と放射光の遅延時間は電気的に調整した。遅延回路からの信号をトリガとして、ポンプされた信号をオシロスコープによって測定した。具体的には、オシロスコープの画面上で、ポンプされた信号部分の面積を積分することによって得られる。測定に用いた FePt 薄膜は、MgO(100) 基板上に作製された単結晶で膜厚は約 50 nm である。

図 6(b)に PEY で測定した XMCD の時間発展を示す。レーザー照射後、50 ps 以内に 90%以上の XMCD が消失し、その後、熱拡散などにより数百 ps の緩和時間で元の状態に緩和していく様子が観察される。消磁の時間スケールは約 50 ps に見えるが、これは放射光の時間幅であり実際にはもっと短いと考えられる。 $L_3$  端、 $L_2$  端でほぼ同じダイナミクスが得られている。

このように、我々は SPring-8 BL07LSU において時間分解 XMCD 測定に成功した。今後の系統的な磁性体のスピンドイナミクス研究につながるものである。XMCD を用いることにより、総和則でスピンと軌道の角運動量を元素別に抜き出すことなどの実験室光源では得られない研究展開が期待できる。

### 5. 今後の展望

このように、SPring-8 の BL07LSU における計 8 台のアンジュレータにより、軟 X 線の XMOKE と XMCD 測定を確立することができた。XMOKE は直線偏光、XMCD は円偏光を用いた磁性測定手法であり、入射光の偏光が直線偏光でも円偏光でも磁性研究を進めることができる。今後はこの測定を通じ、磁性研究における大きなブレークスルーを、X 線の偏光技術の活用によってもたらそうと考えている。

例えば、磁性薄膜のレーザー照射による磁化反転は興味深いテーマである。磁場を使わないレーザーによる磁化の制御、特に磁化反転は大変興味深い現象である。磁化反転が生じる物質としてフェリ磁性合金 GdFeCo や、Co/Pt、Fe/Pt など強磁性の多層膜などが発見されているが、その磁化反転機構は未解明である。本研究で 1 nm 未満の極めて薄い FePt 薄膜と Co/Pt 多層膜の微弱な磁気光学効果を偏光スイッチングにより検出し、磁化反転物質における膜厚の磁性への影響

を解明したい。そして、偏光スイッチングとレーザー励起による時間分解測定を組み合わせた新しい測定システムの構築も目指す。

#### 謝辞

本研究の偏光スイッチングの実現には、SPRING-8/JASRI グループにお世話になりました。ビームタイムとしては、課題番号 2014A7401、2014B7401、2014B7473、2015A7401、2015B7401、2016A7403、2016A7504、2016B7403、2016B7518 で行われました。

#### 参考文献

- [ 1 ] S. Yamamoto, Y. Senba, T. Tanaka, H. Ohashi, T. Hirono, H. Kimura, M. Fujisawa, J. Miyawaki, A. Harasawa, T. Seike, S. Takahashi, N. Nariyama, T. Matsushita, M. Takeuchi, T. Ohata, Y. Furukawa, K. Takeshita, S. Goto, Y. Harada, S. Shin, H. Kitamura, A. Kakizaki, M. Oshima and I. Matsuda: *J. Synchrotron Radiat.* **21** (2014) 352.
- [ 2 ] Y. Kubota, Sh. Yamamoto, T. Someya, Y. Hirata, K. Takubo, M. Araki, M. Fujisawa, K. Yamamoto, Y. Yokoyama, M. Taguchi, S. Yamamoto, M. Tsunoda, H. Wadati, S. Shin and I. Matsuda: *J. Electron. Spectrosc. Relat. Phenom.* **220** (2017) 17-20.
- [ 3 ] Y. Kubota, M. Taguchi, H. Akai, Sh. Yamamoto, T. Someya, Y. Hirata, K. Takubo, M. Araki, M. Fujisawa, K. Yamamoto, Y. Yokoyama, S. Yamamoto, M. Tsunoda, H. Wadati, S. Shin and I. Matsuda: *Phys. Rev. B* **96** (2017) 134432.
- [ 4 ] Y. Kubota, Y. Hirata, J. Miyawaki, S. Yamamoto, H. Akai, R. Hobara, Sh. Yamamoto, K. Yamamoto, T. Someya, K. Takubo, Y. Yokoyama, M. Araki, M. Taguchi, Y. Harada, H. Wadati, M. Tsunoda, R. Kinjo, A. Kagamihata, T. Seike, M. Takeuchi, T. Tanaka, S. Shin and I. Matsuda: *Phys. Rev. B* **96** (2017) 214417.
- [ 5 ] K. Takubo, K. Yamamoto, Y. Hirata, Y. Yokoyama, Y. Kubota, S. Yamamoto, S. Yamamoto, I. Matsuda, S. Shin, T. Seki, K. Takanashi and H. Wadati: *Appl. Phys. Lett.* **110** (2017) 162401.

#### 松田 巖 MATSUDA Iwao

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : imatsuda@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 久保田 雄也 KUBOTA Yuya

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
(現所属)  
(公財)高輝度光科学研究センター XFEL 利用研究推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3902  
e-mail : kubota@spring8.or.jp

#### 田久保 耕 TAKUBO Ko

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : ktakubo@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 山本 達 YAMAMOTO Susumu

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : susumu@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 平田 靖透 HIRATA Yasuyuki

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : hirata@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 宮脇 淳 MIYAWAKI Jun

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : miyawaki@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 原田 慈久 HARADA Yoshihisa

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : harada@issp.u-tokyo.ac.jp

#### 和達 大樹 WADATI Hiroki

東京大学 物性研究所  
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉 5-1-5  
TEL : 04-7136-3405  
e-mail : wadati@issp.u-tokyo.ac.jp

BLO7LSU では東大物性研軌道放射物性研究施設の共同利用を受け入れております。  
詳細は、<https://www.issp.u-tokyo.ac.jp/maincontents/jointinfo/offering10.html> をご覧ください。

## 長期利用課題報告 1

革新的機能性ゼオライトの設計を目的とした生成メカニズムの  
時分割原子・ナノスケール解析

東京大学 大学院工学系研究科

脇原 徹、飯田 剛之、山田 大貴

## Abstract

工業的に重要な材料であるゼオライトはその生成メカニズムが未だ完全には明らかになっていない。本研究ではゼオライトの生成過程を原子・ナノスケールで調べることで、構造規定剤や構成元素の役割を明確にすることを目的とした。その結果、ゼオライト細孔内の金属クラスターや様々な系におけるゼオライト前駆体構造の形成過程を解明することに成功した。さらに、時分割測定も実現し、非晶質ゼオライト前駆体中の構造形成に関する知見が得られるようになった。

## 1. はじめに

ゼオライトは持続的社会的形成のために大きく貢献するキーマテリアルといっても過言ではなく、今日では年間 100 万トン以上製造されており、その市場はゼオライト粉末だけで 4,000 億円以上ある。さらに、ゼオライトの特性が触媒プロセス、工業プラントの性能・サイズなどを決定しており、その波及効果は極めて大きい。ゼオライトは主に構造規定剤含有アルミノシリケート非晶質を水熱条件下での結晶化により得られるが、出発物質が非晶質であることから、その生成過程は十分に解明されておらず、経験則に基づいたトライアルアンドエラー的なアプローチにより新規材料合成が試みられてきた。今後、こういった材料開発において日本が世界を先導する立場をとるためには、その生成過程を原子・ナノスケールで調べることで、構造規定剤や構成元素の役割を明確にし、得られた情報に基づいた設計を試みる必要がある。そのためには、回折パターンのブラッグピークの有無にかかわらず、原子・ナノスケールにおける構造情報が

直接観測できる、二体分布関数 (PDF) 解析、及びその情報に基づいた構造モデリングによる 3 次元構造解析を時分割で行う必要がある。SPring-8 の特徴である 60 keV 以上の高エネルギー X 線を用いれば、世界最高レベルの PDF データを取得することができるため、これを最大限に生かした長期利用課題 (2015A0115~2017B0115) を行うこととなった。

## 2. 研究の意義

ゼオライトはマイクロ孔領域 (直径 < 2 nm) の大きさの空間を有する結晶であり、シリコンを主としてアルミニウムに代表されるヘテロ原子が酸素原子を介して結合し、構成されている (図 1 参照)<sup>1)</sup>。

また骨格の負電荷を補償するため、アルカリ金属などのカチオンが含まれる。1950 年代にはゼオライト合成が可能となり、今日では年間 100 万トン以上製造されている。例えば、FAU 型ゼオライトは原油中の重質成分をガソリンやナフサに転換する FCC 触媒の主要成分である。また、<sup>48</sup>BEA 型、CHA 型ゼオライトはディーゼル車の NO<sub>x</sub> 排出規制に対応する触媒として実用化され始めた。以上のように、ゼオライトは持続的社会的形成のために大きく貢献するキーマテリアルである。

ゼオライトが実用に供されるためには、あるニーズに対して構造、形態、組成の 3 条件が同時最適化され

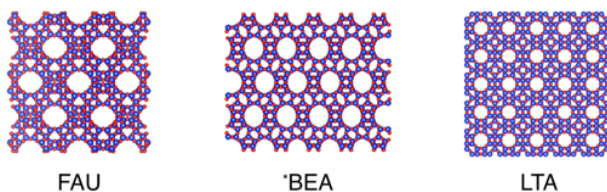


図 1 代表的なゼオライト種

ている必要がある。構造に関しては、過去 20 年間のゼオライト合成技術の進展は目覚ましく、現在では 240 種類程度の骨格構造が見出されている。現在においても年間 5~10 程度の新規構造が報告されている。形態に関しては、ゼオライトの核発生・結晶成長を制御するボトムアップ手法、もしくは筆者が開発した粉碎と再結晶化法を組み合わせるトップダウン法により、大半のニーズに対応できるようになった<sup>2)</sup>。一方、組成に関してはその自由度が極めて制限されているのが現状である。ゼオライトを触媒として利用する際、ゼオライト骨格中の活性点 (= Al) が多過ぎるとコーキングが促進されてしまうため、適度な Si/Al 組成 (4~50) を持つことが求められる。しかし、Si/Al 比が 1~2 近傍しか合成できない構造、もしくはピュアシリカタイプしか合成できない構造が多く、結果として実用に供されていないゼオライトが多くある。また、近年 Ti や Sn など、従来ゼオライトを構成してきた金属元素とは異なるヘテロ金属元素を骨格構造内に含んだゼオライトが開発され、一部は実用化されている。しかし、ヘテロ金属原料をゼオライト合成溶液に添加するという既往の合成法では、ゼオライト骨格内に含まれている全金属原子の最大約 2 mol% までしか置換できないという問題がある。これは、一般的なゼオライト合成は強塩基性条件下で行われ、多くのヘテロ金属は不溶性であるため、ゼオライト骨格中に取り込まれにくいためである。触媒活性はゼオライト中のヘテロ金属の導入量に大きく影響されるため、ヘテロ金属導入量の自由度を高めることは、より効率的な化学プロセスの実現のための基盤技術となりうる。以上より、これまでに報告例のない組成を持つゼオライト合成には大きなハードルとともにニーズがあり、従来限界を超える組成の新規性を持つゼオライトの設計のため、新しい合成手法の概念をゼオライトサイエンスに導入する必要がある。

### 3. 成果の一例

本長期利用課題では、ゼオライトの結晶化メカニズムの理解を前提とした、新規組成を有するゼオライトの設計を行うことを主目的とした。具体的には本研究グループが有するシーズ技術を駆使して、ゼオライト材の開発を行った。非晶質構造の理解・制御のため、

ビームライン BL04B2 の放射光高エネルギー X 線全散乱測定 (HEXTS) を中心に行った。

#### 3-1 測定精度・速度の向上

時分割の測定を実施する上で測定精度・速度の圧倒的な向上は必須である。そのため長期利用課題を通じて以下の改善を行った。なお本内容に関しては BL04B2 担当者である尾原幸治博士にご協力頂いた内容である。

- ・高角側の散乱が少ない領域に、より多くの散乱が入るよう低角側の設計を工夫
- ・データ取得間隔を調整することで統計精度を担保
- ・サンプルホルダーにのせるサンプル量を増加

以上の改善を実施することで多くの高精度の測定データを取得し、その成果を公表することができた。さらに 2 次元検出器や、現在ビームラインで導入が検討されている 7 連装の検出器を用いることで更なる高精度かつ短時間での測定を実現しつつあり、時分割測定を行う上で必要な測定時間 (1 秒~数分) を達成しつつある。なお、ゼオライトの結晶化は通常数時間~数日要するため、上述の時分割測定ができれば十分その結晶化前のアルミノシリケート非晶質などの構造変化過程を追跡することができる。

#### 3-2 ヘテロ金属導入量の更新<sup>3)</sup>

固体ルイス酸触媒として Hf を含んだゼオライトは多くの工業的な有機合成プロセスで利用されているアルドール反応など重要な有機反応に対し触媒活性を持つことが知られている。Hf は原子半径が大きいため、その多くをゼオライト骨格中に導入することは困難とされている。そこで当研究室で開発されているメカノケミカル法を Hf 含有 MFI 型ゼオライトの調製のために利用し、多くの Hf を骨格中に含んだゼオライトを調製することを目指した。この手法の概略としては、ハフニア (HfO<sub>2</sub>) とシリカとを遊星型ボールミルという高エネルギー粉碎処理によって複合化させ、それをゼオライトの結晶化原料として利用する。ゼオライトの結晶化過程において導入するのではなく、原料の状態から Hf をシリカ構造中に導入することが本手法の最大の利点である。この手法を利用した結果 Hf を全骨格成分中のおよそ 1.6 mol% まで導入することに成功した。



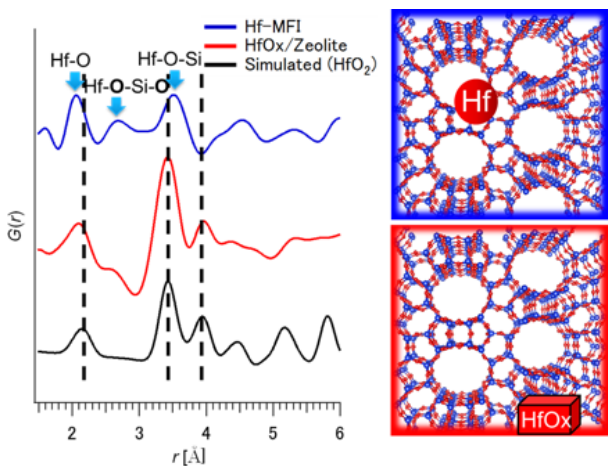


図2 骨格中 HfOx、骨格外 HfOx 由来の二体分布関数及び PDFgui により計算された HfO<sub>2</sub> 結晶の二体分布関数

また、導入を確認するための手法として Differential Pair Distribution Function 法 (d-PDF 法) を利用し、固体試料中の HfOx 成分の二体分布関数を抽出した。d-PDF 法とは二体分布関数 (本稿では reduced pair distribution function を二体分布関数  $G(r)$  と呼ぶ)  $G(r)$  の線形性を利用して、二成分が含まれた混合物の  $G(r)$  から適切な重みづけ関数を掛け合わせたもう一方の成分の  $G(r)$  を差し引くことによりもう他方の成分の  $G(r)$  を導出する方法である (この場合、Hf 含有ゼオライトの  $G(r)$  からゼオライトの  $G(r)$  を差し引き、HfOx 由来の  $G(r)$  を導出した)。比較のために、Hf 源をゼオライトに含浸させ、骨格外 Hf を多く含んだ試料を作製した。これらの比較を図 2 に示す。含浸法によって調製された試料はおよそ 6 Å 付近までの相関が計算で求めた HfO<sub>2</sub> 結晶の  $G(r)$  とほぼ合致していることが判明し、このことから微細な HfO<sub>2</sub> クラスターの生成

が示唆された。一方、メカノケミカル処理によって得られた Hf 含有 MFI 型ゼオライトに対して同様の分析を試みたところ、HfO<sub>2</sub> 結晶由来の  $G(r)$  とは異なる位置に相関が見られ、種々の検討からゼオライト骨格中に存在する Hf 由来の相関であることが強く示唆された。

### 3-3 複数の活性種 (骨格ヘテロ金属及びイオン交換サイトの金属イオン) による協奏的反応の実現<sup>4)</sup>

これまでに炭化モリブデン (Mo<sub>2</sub>C) をゼオライト細孔中で調製し、石油代替エネルギーをバイオマスから作り出す反応として注目されている水素化脱酸素反応 (Hydrodeoxygenation) へと利用し、高い反応選択性に加え、Mo<sub>2</sub>C とゼオライトの単純混合物では見られない触媒耐久性も持ち合わせることを判明した。この現象は、ゼオライト骨格中にあるゼオライトの触媒活性点と Mo<sub>2</sub>C ナノ粒子が十分に近い距離にあることによって実現した現象として説明でき、協奏的反応の進行が確認された。

Mo<sub>2</sub>C の調製法では、ゼオライトのイオン交換サイトにモリブデンの金属イオン (Mo<sup>6+</sup>) を導入し、それをメタン・水素雰囲気下で Mo<sub>2</sub>C へと転換した。従来の構造解析法 (XRD、TEM、ラマン分光など) からは Mo<sub>2</sub>C 由来の情報は得られなかった。そこで放射光を利用した d-PDF 法による構造解析を試みた。図 3 に Mo<sub>2</sub>C 含有ゼオライトと原料ゼオライトの二体分布関数  $G(r)$  を示す。先ほどと同様の差分演算を行い、抽出された  $G(r)$  を確認すると Mo<sub>2</sub>C 由来の構造と合致している相関が見られ、さらにその相関はおよそ 8 Å 程度と TEM 画像でみられる粒子径とほぼ合致していることがわかる。

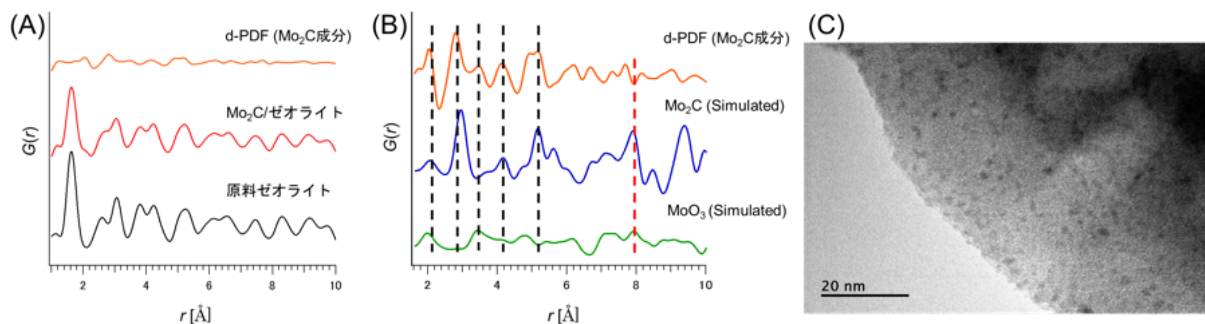


図3 (A) Mo<sub>2</sub>C 含有ゼオライト、原料ゼオライト及び d-PDF 法によって求めた Mo<sub>2</sub>C 成分の二体分布関数  $G(r)$ 。(B) d-PDF 法によって求めた Mo<sub>2</sub>C 成分の  $G(r)$  及び PDFgui により計算した Mo<sub>2</sub>C 結晶、MoO<sub>3</sub> 結晶の  $G(r)$ 。(C) Mo<sub>2</sub>C 含有ゼオライトの TEM 画像。

今回の検討から、d-PDF 法がこれまでの分析手法では解析困難なゼオライト細孔中 (1 nm 未満) の微細クラスターの構造情報を獲得するための手法として有用であることが確認された。今後は異なる構造体を構築するのと同時に、様々な触媒反応へと応用していく予定である。

### 3-4 \*BEA、CHA 型ゼオライト生成過程の解明<sup>5)</sup>

ゼオライト合成において有機構造規定剤 (organic structure-directing agent: OSDA) と呼ばれる有機化合物を添加することがあり、ゼオライト生成過程において鋳型のような役割を果たすと考えられている。原子・分子レベルでの有機構造規定剤とアルミノシリケートの相互作用を明らかにすることができれば、ゼオライト結晶化過程を戦略的に制御することができると思われる。近年幾つかのゼオライト合成系について分子レベルで結晶化メカニズムが解明されているが、ゼオライト合成は原料組成、合成温度といった様々な条件の影響を受けるため、合成条件の異なる既往の研究同士を比較、議論することは難しい。そこで、原料組成、合成温度などの合成条件を固定し、OSDA の種類のみを変更した系についてその結晶化過程を

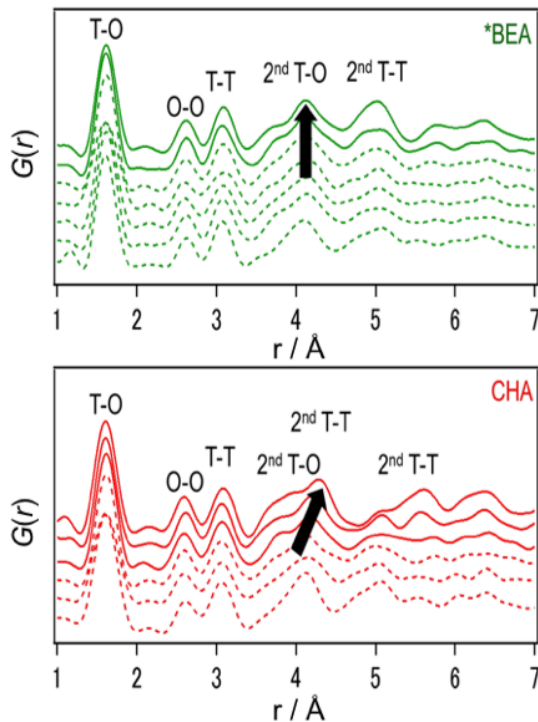


図4 \*BEA、CHA 型ゼオライト生成過程における二体分布関数の経時変化 (点線は非晶質)

分析し、その詳細を考察することを通じて、OSDA がゼオライト生成過程に与える影響を検討した。

合成原料として、TEAOH (tetraethylammonium hydroxide)、TMAdaOH (trimethyl-adamantylammonium hydroxide) をそれぞれ OSDA として用いて反応混合物を調製した。これをオートクレーブに仕込み、150°C 静置条件において一定時間水熱処理を行った。生成物について XRD、HEXTS、TG-DTA などによる分析を行った。

水熱処理 71 時間後に \*BEA 型ゼオライトの結晶化が確認された一方、CHA 型ゼオライトは 7 時間の水熱処理後に結晶化が確認された。HEXTS によって得られた二体分布関数 (図 4) から、\*BEA では結晶化過程において原子間距離の変化は確認されなかった。しかしながら CHA の結晶化過程における二体分布関数の第二近接の T-O (T は Si または Al) 原子相関 ( $r = 4.0 - 4.5 \text{ \AA}$ ) に注目すると、結晶化中に長距離側へとシフトしていることが確認できた。したがって、\*BEA は結晶に類似した構造が徐々に形成されることによって結晶化が進行するが、CHA は少数の核が起点となり非晶質構造 (T-O-T 角度、原子間距離など) を変化させながら結晶化すると考えられる (図 5 参照)。

このように今回のビームタイムにおいて HEXTS 測定技術が大幅に向上したことにより、より詳細な ex situ 測定が可能となり、ゼオライト生成過程に関してより高度な議論を行うことができるようになったといえる。

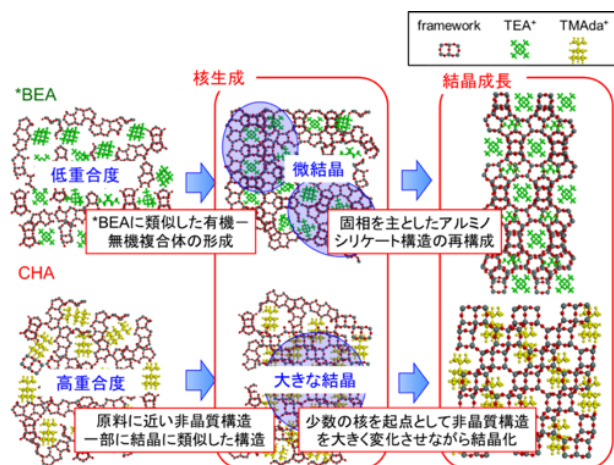


図5 \*BEA、CHA 型ゼオライト生成過程の仮説

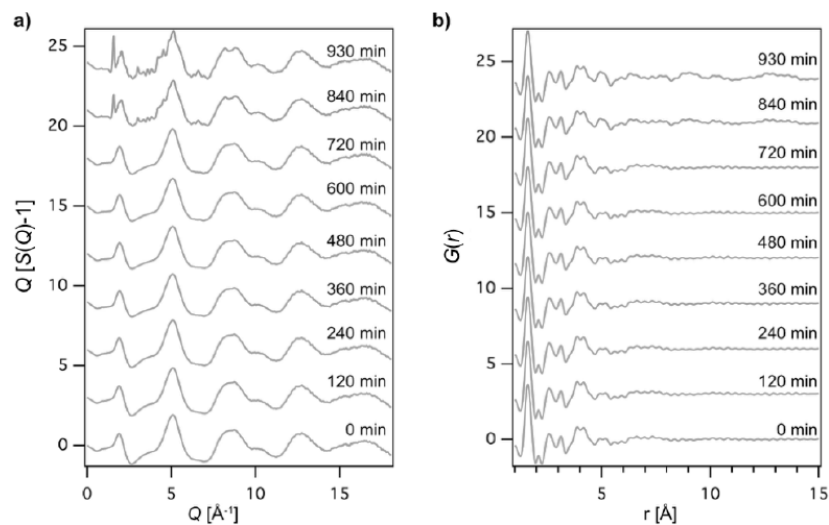


図6 MFI型ゼオライト結晶化過程の in situ 測定。(a)  $Q[S(Q)-1]$ 、(b)  $G(r)$ 。

### 3-5 ゼオライト結晶化メカニズムの時分割解析

これまでの研究では ex situ 条件下での解析が主であり、ゼオライト合成過程の原子レベルでの直接観察は困難であった。そのため本章ではゼオライトの合成過程において in situ 条件下で HEXTS 法を適用し、ゼオライト前駆体の構造形成過程を原子レベルで直接観察することを目指した。まずゼオライト合成過程を in situ 条件下で観察可能な測定環境を立ち上げ、その後ゼオライト合成過程のその場分析を実現した。研究対象としては工業的に広く用いられているゼオライトである MFI 型とした。

ゼオライト合成過程の in situ HEXTS 実験は以下の手順で実施した。SPRING-8 の BL08W にフラットパネルディテクタ及びゼオライト合成に使用するマイクロ波合成装置を設置し、迷光などを除去可能な光学系の調整を行った。使用したエネルギーは 115 keV であり、 $0.50 - 18 \text{ \AA}^{-1}$  までの  $Q$  領域のデータの 1 分ごとの測定を実施した。

In situ 測定により得られた MFI 型ゼオライトの構造因子  $S(Q)$  に  $Q$  を乗じた  $Q[S(Q)-1]$  及び二体分布関数  $G(r)$  を図 6(a), (b) に示す。これらの時分割データから、MFI 型ゼオライトの結晶化過程において、合成の初期の段階において最終生成物と類似した近距離構造がすでに形成していることが確認された。しかしながら、MFI 型ゼオライトの核生成が生じ結晶成長の段階に入ると、 $5 \text{ \AA}$  以上の相関が明瞭になっていく一方、誘導時間中においてはその構造変化は小さく、

全散乱データから前駆体の構造形成を観察することは困難であった。

今後は誘導期間中の微細な構造変化を観察するために散乱パターンの初期値からの変化に注目したデータ解析に取り組む予定である。本解析を実施することで合成過程において増加、ないしは減少している成分を評価し、ゼオライトの核生成に寄与する因子を特定することが将来的には可能になることが期待される。

### 4. まとめ

ゼオライトの生成過程を原子・ナノスケールで調べることにより、構造規定剤や構成元素の役割を明確にすることを目指した。その結果、ゼオライト細孔内の金属クラスターや様々な系におけるゼオライト骨格中へテロ金属成分の構造状態に関する知見を得ることに成功した。さらに、高精度な ex situ での非晶質ゼオライト前駆体の構造解析に加え、in situ での時分割測定にも成功し、ゼオライトの構造形成過程を明らかにする礎を築いた。今後はこれらの技術を組み合わせて様々なゼオライト合成系にこれらの知見を展開していく予定である。

### 参考文献

- [1] T. Wakihara, T. Okubo: *Chemistry Letters* **34** (2005) 276-281.

- [ 2 ] T. Wakihara, R. Ichikawa, J. Tatami, A. Endo, K. Yoshida, Y. Sasaki, K. Komeya, T. Meguro: *Crystal Growth & Design* **11** (2011) 955-958.
- [ 3 ] T. Iida, K. Ohara, Y. Román-Leshkov, T. Wakihara: *Physical Chemistry Chemical Physics* **20** (2018) 7914-7919.
- [ 4 ] T. Iida, M. Shetty, K. Murugappan, Z. Wang, K. Ohara, T. Wakihara, Y. Román-Leshkov: *ACS Catalysis* **7** (2017) 8147-8151.
- [ 5 ] T. Umeda, H. Yamada, K. Ohara, K. Yoshida, Y. Sasaki, M. Takano, S. Inagaki, Y. Kubota, T. Takewaki, T. Okubo, T. Wakihara: *Journal of Physical Chemistry C* **121** (2017) 24324-24334.

脇原 徹 WAKIHARA Toru

東京大学 大学院工学系研究科  
 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1  
 TEL : 03-5841-7368  
 e-mail : wakihara@chemsys.t.u-tokyo.ac.jp

飯田 剛之 IIDA Takayuki

東京大学 大学院工学系研究科  
 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1  
 TEL : 03-5841-7368  
 e-mail : taka.iida.u.t@gmail.com

山田 大貴 YAMADA Hiroki

東京大学 大学院工学系研究科  
 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1  
 TEL : 03-5841-7368  
 e-mail : h\_yamada@chemsys.t.u-tokyo.ac.jp

## 長期利用課題報告 2

量子ビーム実験・計算機シミュレーションと先端数学の連携による  
非晶質物質の体系的な理解

国立研究開発法人物質・材料研究機構

先端材料解析研究拠点／

統合型材料開発・情報基盤部門(MaDIS) 情報統合型物質・材料研究拠点(CMI<sup>2</sup>)

JST さきがけ

小原 真司

## Abstract

物質は、合成条件により様々なふるまいを見せる。たとえば、高温液体からのガラス合成時における容器の有無、圧力、重力など、様々な外的要因の影響を受ける。こういった物質の構造を捉える上での最大の問題点は、結晶以外の材料の構造は長距離秩序を有さないがための解析の難しさ故に「不規則」という言葉で一括りにされ、構造を表現できる結晶の空間群のような記述子が存在せず、実空間上での原子対に着目した二体相関のみで議論されてきたことである。本長期利用課題では、様々な非晶質物質の構造を量子ビーム実験・計算機シミュレーションに加えて、逆モンテカルロモデリング、最先端の数学理論を導入したホモロジー解析を援用することにより、非晶質物質の量子ビーム実験データおよび3次元構造データを系統的に理解することを試みた。さらに、ガラスの構造と物性の相関についても検討を行った。

## 1. はじめに

ガラス・液体・アモルファスといったいわゆる非晶質物質は結晶のような長距離秩序を有さないことから、その回折パターンはブロードなハローパターンを示し、結晶の空間群や格子定数のような記述子が存在しない。したがって、その回折パターンから原子の位置を一意的に決定することができず、非晶質物質の構造解析には規格化されたパターンをフーリエ変換することより得られる二体分布関数が古くから用いられてきた。二体分布関数はある原子から見て離れた距離に別の原子を見出す確率として定義され、非晶質の乱れた原子配列からも実空間において原子間距離、配位数といった平均化された情報を抽出することができる。そして、密度が近い結晶構造を見立ててガラスの第一近接を超えた構造 (= 中距離構造) を推測することがこれまで行われてきた。このことが原因で非晶質物質の構造解析は結晶と比べて大きく立ち後れてきた。しかしながら、この問題は二体相関で議論する限りは大型放射光施設 SPring-8 や大強度陽子加速器施設 J-PARC といった先端量子ビーム実験施設が誕

生した今も変わらない。近年では、二体相関での議論からの脱却につながる電子回折の進化<sup>1)</sup>、コヒーレント X 線の利用<sup>2)</sup>、計算機シミュレーションと最先端数学理論との連携<sup>3)</sup>などにより、平均化された二体相関に潜んだ非晶質物質の特徴的な構造抽出に成功した例が報告されている<sup>4-6)</sup>。また、最先端の量子ビーム実験施設の登場により、質の高い回折データがハイスループットで計測できるようになり、多くのデータを比較できるようになったことから、非晶質物質の構造解析はこの 20 年で徐々にではあるが着実に進化したところがある。

## 2. 本課題の目的

本長期利用課題では、様々な非晶質物質の構造を X 線回折、XAFS、中性子回折や NMR といった実験や計算機シミュレーションに加えて、逆モンテカルロモデリング (Reverse Monte Carlo, RMC)、最先端の数学理論を導入したホモロジー解析を援用することにより、非晶質物質の量子ビーム実験データおよび3次元構造データを系統的に理解することを試みた。こ

ここでは特にガラスの短範囲構造ユニットの連結により生み出されるネットワーク、リング、ホモロジーに注目した。さらにガラスのネットワーク構造と物性の相関についても検討を試みた。

### 3. 研究概要

前述の目的を達成するため、本長期利用課題では、BL01B1においてXAFS実験を<sup>7,9)</sup>、BL04B2では高エネルギーX線回折実験を行った<sup>7,9,10)</sup>。ここでは、(1) X線、中性子回折から得られた回折パターンの体系的な理解<sup>10)</sup>、(2) ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ガラスの熱膨張係数異常の起源<sup>9)</sup>、(3) パーシステントホモロジーによるシリカガラスのホモロジーの抽出について述べる。

#### 3-1 X線、中性子回折から得られた回折パターンの体系的な理解

非晶質物質の量子ビーム実験データを系統的に解釈するため、様々な非晶質物質の回折データの比較を試みた。図1にZr<sub>50</sub>Cu<sub>50</sub>ガラス、アモルファスSi<sup>11)</sup>、シリカ(SiO<sub>2</sub>)ガラス<sup>12)</sup>、CCl<sub>4</sub>液体<sup>13)</sup>の構造因子 $S(Q)$ を示す。横軸は原子サイズの差を規格化するために、散乱ベクトル $Q$ に $S(Q)$ をフーリエ変換することにより得られた実空間関数の最近接距離 $d$ を乗じてある。CCl<sub>4</sub>液体のX線回折から得られた $S(Q)$ およびシリカガラスの中性子回折から得られた $S(Q)$ には $Qd$ の小さい領域に $Q_1$ (First sharp diffraction peak, FSDP)、 $Q_2$ (Principal peak, PP)、 $Q_3$ の3つのピークが現

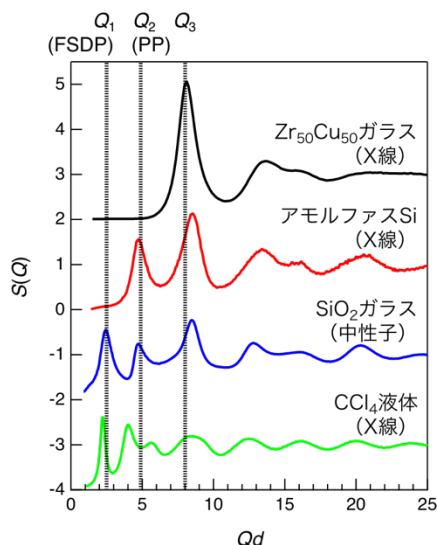


図1 Zr<sub>50</sub>Cu<sub>50</sub>ガラス、アモルファスSi<sup>11)</sup>、SiO<sub>2</sub>ガラス<sup>12)</sup>、CCl<sub>4</sub>液体<sup>13)</sup>の構造因子 $S(Q)$

れることが知られているが、アモルファスSiは $Q_1$ を持たず、Zr<sub>50</sub>Cu<sub>50</sub>ガラスは $Q_3$ しか持たないことが分かる。また、シリカガラスの $Q_2$ はX線回折から得られる $S(Q)$ には観測されないが、これはX線回折が原子番号の大きい(多くの電子を持つ)Siに敏感であるのに対して中性子回折は相対的に軽い原子であるOに特に敏感であることに起因し、O-O相関に関連したピークである $Q_2$ はX線回折のデータには観測されない<sup>10)</sup>。Zr<sub>50</sub>Cu<sub>50</sub>ガラスはデンスランダムパッキング構造を持ち、配位数はほぼ12である。これに対し、アモルファスSiはSiSi<sub>4</sub>四面体、シリカガラスはSiO<sub>4</sub>四面体、CCl<sub>4</sub>液体はCCl<sub>4</sub>四面体が短範囲構造ユニットとなる。アモルファスSiとシリカガラスはネットワークを形成するが、CCl<sub>4</sub>液体ではCCl<sub>4</sub>四面体は孤立した分子として存在する。したがって、短配位構造ユニットの中心原子から見た頂点原子の配位数と、頂点原子から見た中心原子の配位数の平均はそれぞれ、4、2.67(Siの周りのOの配位数は4、Oの周りのSiの配位数は2)、1.6(Cの周りのClの配位数は4、Clの周りのCの配位数は1)となる。すなわち図1において、上に行くほど原子のパッキングは密であり、下に行くほど疎であると言える。非晶質物質の回折パターンの1番 $Q$ の低い位置に現れるピークをFSDPと命名し、FSDP=ガラスの中距離構造と安易に解釈している論文が多いが、実際には $Q$ の小さい領域に現れるピークは非晶質物質によって異なってくる。我々は、FSDPは結合の手の数が異なる複数の原子から構成された多面体が疎に分布した時に多面体の面が作る秩序によって観測されるピークであると考えている<sup>10,14)</sup>。また、FSDPがガラスネットワークの象徴と報告している論文も数多く見受けられるが、ネットワークを形成しても空隙がなければFSDPは消失する<sup>15)</sup>ことから、FSDPがガラスネットワークの象徴という解釈には慎重になる必要があることが示唆された。

#### 3-2 ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ガラスの熱膨張係数異常の起源<sup>9,16)</sup>

リン酸塩ガラスは生体関連材料<sup>17)</sup>や光学材料<sup>18,19)</sup>としての用途があり、最近ではエントロピー弾性を示すガラスが発見される<sup>20)</sup>など様々な方面に应用が期待されている。リン酸塩ガラスの特徴的な材料特性はネットワーク形成物質であるP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>に対して様々なネッ

トワーク修飾物質を適切に添加することによって得られるが、その機能発現メカニズムとガラス構造との関係はいまだに解明されておらず、リン酸塩ガラスのネットワーク構造の理解はガラス科学における重要な研究テーマの一つであった。本研究では、低融点光学ガラスの母体材料として注目されている ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ガラスを対象とし、放射光 X 線および中性子回折、XAFS といった量子ビーム実験と NMR 実験、そして RMC 法によるモデリングを駆使してガラスの 3 次元構造モデルを構築し、そのネットワーク構造の解析によって熱膨張係数の組成変化に現れる異常なふるまいの起源を明らかにすることを試みた。

今回、ガラスの組成としては、60ZnO-40P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(60ZP) および 70ZnO-30P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(70ZP) を選んだ。リン酸塩ガラスのガラス形成物質であると考えられている P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> は、P 原子の周りに 4 個の O 原子が配位した PO<sub>4</sub> 四面体を構造ユニットとし、O 原子を隣の PO<sub>4</sub> 四面体と頂点で共有することによって 3 次元ネットワークを形成している<sup>[21]</sup>。四面体同士を繋いでいる O 原子は架橋酸素と呼ばれ、ガラスネットワークを議論する際には構造ユニット中の架橋酸素の数  $n$  を指標とした Q <sup>$n$</sup>  という表記法が用いられる。ガラス形成物質として知られている SiO<sub>2</sub> ガラスは SiO<sub>4</sub> 四面体の酸素がすべて架橋酸素であることから Q<sup>4</sup> となる。P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> においては PO<sub>4</sub> 四面体に 3 個の架橋酸素が存在するため Q<sup>3</sup> となる。Q<sup>3</sup> のみで構成される P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ガラスに ZnO を添加していくと、架橋酸素が切断され、非架橋酸素が増えることにより、Q<sup>2</sup>、Q<sup>1</sup>、Q<sup>0</sup> が増加していく。本ガラスにおける PO<sub>4</sub> 四面体の繋がり方に関する情報を得るために NMR 分光測定を行ったところ、60ZP ガラスにおいては Q<sup>2</sup> と Q<sup>1</sup> がほぼ 1:1 で存在し、70ZP ガラスにおいては Q<sup>1</sup> と Q<sup>0</sup> がほぼ 2:1 で存在していることが明らかになった。また、Zn K

吸収端における XAFS 測定から、Zn 原子周囲の O 原子の平均配位数は両組成とも結晶における配位数である 4 よりやや小さい値をとることが明らかになった。

NMR 分光、XAFS 測定によって、本ガラスにおける P 原子と Zn 原子周囲の短距離構造に関する情報が得られた。本研究ではさらに、これらの短距離構造ユニットがどのような形で繋がっているのか、すなわちどのようなガラスネットワークが形成されているのかを明らかにするため、RMC 法によるモデリングによってガラスの 3 次元構造モデルの構築を試みた。RMC 法は前世紀に McGreevy と Pusztai によって考案された手法であり、試料の密度を満たしたシミュレーションボックス内の粒子を乱数で動かすことにより実験データを再現する 3 次元構造モデルを構築するデータ駆動型構造モデリング法である<sup>[22]</sup>。RMC 法は原子間ポテンシャルを用いないため大規模かつ高速での構造モデリングが可能であるが、「実験データを再現する最も無秩序な構造」が得られる傾向があり<sup>[23]</sup>、「得られる構造は唯一の解とまらない」ことに注意する必要がある<sup>[24]</sup>。本研究では Zn、P 原子に敏感な X 線回折、比較的軽い O 原子に敏感な中性子回折、Zn 原子周囲のみの構造情報を持つ EXAFS のデータを使用し、さらに、NMR によって得られたガラス中の Q<sup>0</sup>、Q<sup>1</sup>、Q<sup>2</sup>、Q<sup>3</sup> の存在比率を再現するように構造を拘束することによって、より信頼性の高い構造モデルを構築する RMC 法によるモデリングを試みた。中性子回折実験から得られた構造因子 S<sup>N</sup>(Q)<sup>[25]</sup>、放射光 X 線回折実験から得られた構造因子 S<sup>X</sup>(Q)、EXAFS 実験から得られた k<sup>3</sup>χ(k) に対する RMC 法によるモデリングの結果を図 2 に示す。これより、RMC 法によって得られた 60ZP および 70ZP ガラスの 3 次元構造モデルは Q<sup>n</sup> 分布を再現する構造拘束下ですべての実験データを良く再現していることが分かる。

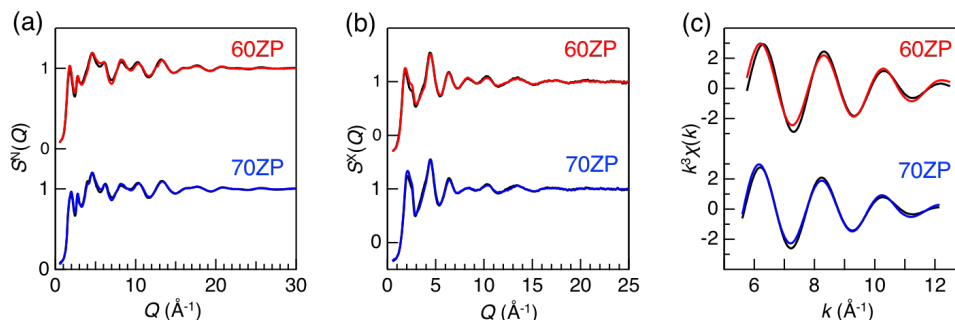


図 2 ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ガラスの中性子回折(a)、X 線回折(b)の構造因子 S(Q)および Zn K 吸収端の k<sup>3</sup>χ(k) (c)。黒：実験データ、赤・青：RMC モデル

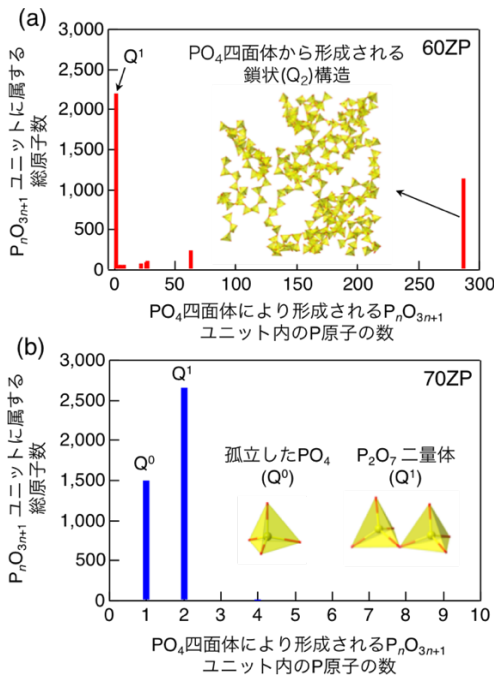


図3 60ZP ガラス(a)、および70ZP ガラス(b)における  $\text{PO}_4$  四面体ネットワーク

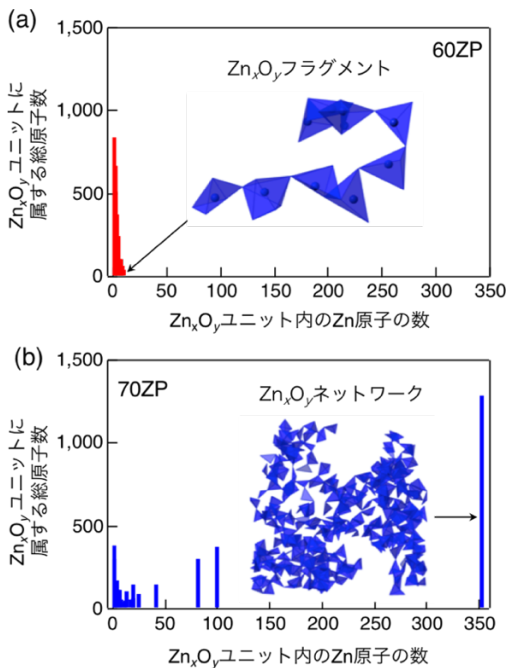


図4 60ZP ガラス(a)、および70ZP ガラス(b)における  $\text{Zn-O}$  多面体ネットワーク

RMC法によって得られた60ZPガラスおよび70ZPガラスの3次元構造モデルを解析し、ZnOの添加に伴うネットワーク構造の変化を調べた。まず、 $\text{PO}_4$ 四面体の連結性について調べたところ、図3に示すような結果が得られた。図において、横軸には $\text{PO}_4$ 四面体により形成される $\text{P}_n\text{O}_{3n+1}$ ユニット内のP原子の数を、

縦軸にはそのユニットに属するすべての原子数をプロットしている。図3(a)より60ZPガラスにおいては300個近い $\text{PO}_4$ 四面体( $\text{Q}^2$ )が長い鎖状ネットワークを形成していることが明らかになった。一方、70ZPガラスについては図3(b)に示すように孤立した $\text{PO}_4$ 四面体( $\text{Q}^0$ )と $\text{P}_2\text{O}_7$ 二量体( $\text{Q}^1$ )のみが存在するため、 $\text{PO}_4$ 四面体によるネットワークが形成されていないことが分かる。図4にZn-O結合によって形成されるネットワーク構造を調べた結果を示す。図3と同様に、図4において横軸にはZn-O結合によって形成される $\text{Zn}_x\text{O}_y$ ユニット内のZn原子の数を、縦軸にはその $\text{Zn}_x\text{O}_y$ ユニットに属するすべての原子数をプロットしている。図4(a)に示すように、60ZPにおいてはZn-O結合から形成される $\text{Zn}_x\text{O}_y$ ユニットは短く、ネットワークが形成されていないことが分かる。一方、図4(b)に示すように70ZPガラスにおいては $\text{ZnO}_3$ 、 $\text{ZnO}_4$ といった構造ユニットが中心となり、350個もの多面体が頂点および稜共有によって一つに繋がった $\text{Zn}_x\text{O}_y$ ネットワークが形成されていることが明らかになった。

60ZPおよび70ZPガラスの3次元構造モデルの解析により、ZnOが少ない60ZPガラスにおいては $\text{PO}_4$ 四面体がネットワークを作っているのに対し、ZnOが多い70ZPガラスではそれに代わって $\text{ZnO}_x$ 多面体( $x=3, 4$ )がネットワークを形成していることが分かった。一般に、ガラスネットワークが組成とともに変化しないのであれば、低いガラス転移温度 $T_g$ のガラスほど高い熱膨張係数を示すことが知られている<sup>[26,27]</sup>。しかし、本ガラスにおいてはZnO量の増加に伴って熱膨張係数が $T_g$ とともに上昇しており、一般的なガラス系にはない異常な傾向を示すと結論付けられた。この60ZPから70ZPへの10 mol%のZnO添加量の違い(5%のZn原子分率の上昇)によって生じるガラスのネットワークの担い手の交代が、本ガラスにおける熱膨張係数が $T_g$ とともに上昇するという異常なふるまいと関連していることが本研究によって明らかになった。

### 3-3 パーシステントホモロジーによるシリカガラスのホモロジーの抽出

シリカガラスは典型的なガラス形成物質でかつ地球科学の分野でも重要であることから、その構造物性については高温・高圧まで幅広く研究されてきた。図5に、



RMC と古典分子動力学計算 (Molecular Dynamics, MD) のハイブリッド化モデリングにより得られた X 線と中性子の構造因子  $S(Q)$  を再現する構造モデルを示す。図 1 に示すとおり、シリカガラスの構造因子  $S(Q)$  の  $Q \sim 1.5 \text{ \AA}^{-1}$  ( $Qd \sim 2.4 \text{ \AA}^{-1}$ ) に FSDP が観測される。この FSDP を解析することにより、

周期:  $2\pi/Q_{\text{FSDP}} \sim 4 \text{ \AA}$  (図 5 の水色破線間で青色の矢印で示された距離)

相関長:  $2\pi/dQ_{\text{FSDP}} \sim 10 \text{ \AA}$  (図 5 のピンク色の領域内の矢印で示された距離)

と見積もられ、空隙越しに揃った面が FSDP の起源となる中距離構造と解釈されている<sup>[10,14]</sup>。この中距離構

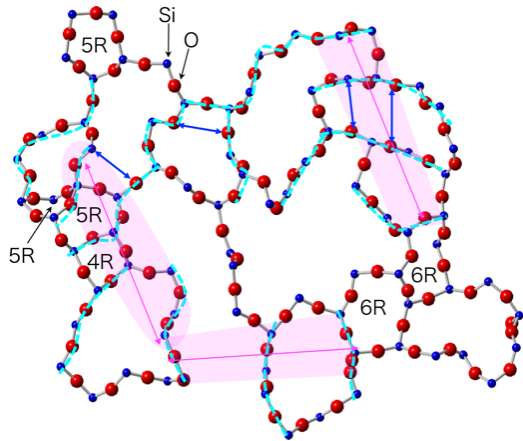


図 5 RMC-MD モデリングより得られたシリカガラスの 3 次元構造。シミュレーションボックスを紙面方向に約 9 Å にスライスした領域でネットワークを形成している原子のみ表示している。R: リング (員環)

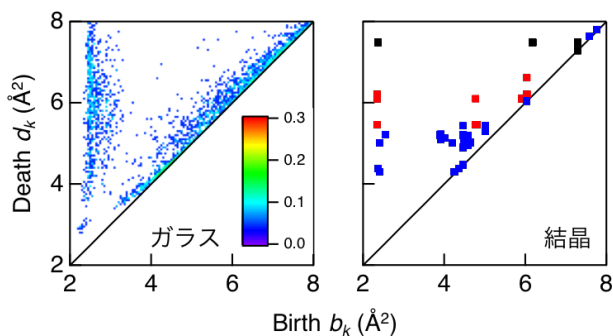


図 6 シリカガラス ( $d = 2.2 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) および結晶の Si 原子のパーシステント図。

■:  $\alpha$ -クリストバライト ( $d = 2.30 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )、  
 ■:  $\alpha$ -石英 ( $d = 2.65 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )、■: コーサイト ( $d = 2.92 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )。結晶のデータは各結晶相の違いを示すため、Birth、Death 点のみをプロットした。

造を別の角度から解釈するために、我々はパーシステントホモロジー法<sup>[2]</sup>を導入した。本手法の詳細は文献 [28,29] に解説されているので参照していただきたい。本手法のアルゴリズムは、構造モデリングやシミュレーションにより得られた 3 次元座標の原子の半径を同時に増大させ、隣接した原子と重なりリングが出現した点を Birth、さらに増大させリングが消失した点を Death としてダイアグラムを計算することである。対角線に近いプロファイルは Birth した後直ちに Death する寿命の短い (小さい) リングを、対角線から離れたプロファイルは寿命の長い (大きい) リングを意味する。本手法の最大の特徴は結合を定義することなく穴の形 (ホモロジー) が解析できる点である。SiO<sub>4</sub> 四面体を短範囲構造とするガラスと結晶のホモロジーを比較するため、シリカガラス、 $\alpha$ -クリストバライト、 $\alpha$ -石英、コーサイトの Si 原子のパーシステント図を図 6 に示す。ガラスのダイアグラムには Death (縦) 軸に沿って縦長のプロファイルが観測されるが、これはガラスを構成する原子がネットワークを形成していることを示しており、Death の値が大きいほど寿命が長い、すなわちロバスタな大きなリングの存在を意味する。一方、対角線付近のプロファイルは寿命の短いリングの存在を意味する。この Death 軸に沿った縦長のガラスのプロファイルに注目すると、結晶相にも同じような位置にプロファイルが観測され、 $\alpha$ -クリストバライト、 $\alpha$ -石英、コーサイトと高密度になるにつれて、Death 値の小さい、すなわち寿命が短いリングへと変わっていることが分かる。このような縦長のプロファイルが現れることがガラスになりやすいガラスの特徴と考えられ、このプロファイルはネットワーク形成の記述子と言える。結晶の強いプロファイルに該当する構造を抽出すると、 $\alpha$ -クリストバライトでは比較的対称性の良い 6 員環のみが観測されたが、 $\alpha$ -石英においては 6、8 員環が、コーサイトにおいては 4、6、8 員環も観測され、リングの形がねじれた対称性の悪いものであることが明らかになった。シリカガラスにこれら 3 つの結晶相と同じ Death 位置にプロファイルが広がっていることから、ガラスには密度がより高密度の結晶のホモロジーがある、つまり、 $\alpha$ -クリストバライトと比較して、よりねじれた形のリングが存在していることが明らかとなり、これがガラスの無秩序性の象徴であると結論付けられた。

## 4. おわりに

本長期利用課題（2016A0130～2017B0130、2016A0134～2017B0134）は、BL04B2の高エネルギーX線回折計のハイスループット化からはじまり、最終的には超高温無容器融体や結晶の計測において特にスループットの向上を達成できた。そして、様々な非晶質物質の回折データを取得し、比較することにより、そのピークの由来を明らかにすることができた。また、実用により近い複雑なガラスの構造解析に取り組み、構造と物性の相関についての知見を得ることができた。さらに、逆モンテカルロ法の新しい使い方の提案や、ガラスのホモロジーの研究について新しい方向性を切り拓くことができた。

現在、我々は企業との連携を深め、さらにデータ科学の研究者との連携の強化に取り組んでいる。本長期利用課題により、非晶質材料のマテリアルズインフォマティクスを推進する第一歩がようやく踏み出せたと言える。

## 謝辞

本長期利用課題を利用した研究においては、JASRI 尾原幸治氏、伊奈稔哲氏に多大なご協力をいただいた。本稿執筆においては、高エネルギー加速器研究機構 大友季哉氏、日本原子力研究開発機構 鈴谷賢太郎氏、山形大学 白杵毅氏、京都大学 平岡裕章氏、早稲田大学 平田秋彦氏、岐阜大学 志賀元紀氏から多大なご助言をいただいた。ここに深く感謝の意を表す。本稿で紹介させていただいた研究成果の一部は「JST さきがけ「理論・実験・計算科学とデータ科学が連携・融合した先進的マテリアルズインフォマティクスのための基盤技術の構築 (JPMJPR15N4)」および科学技術振興機構 (JST) のイノベーションハブ構築支援事業の「情報統合型物質・材料開発イニシアティブ (MI<sup>2</sup>)」から支援を受け遂行した。

## 参考文献

- [1] 平田秋彦、小原真司、今井英人、陳明偉：日本結晶学会誌 **59** (2017) 159-165.
- [2] P. Wochner *et al.*: *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **106** (2009) 11511-11514.
- [3] Y. Hiraoka, T. Nakamura *et al.*: *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **113** (2016) 7035-7040.
- [4] A. Hirata *et al.*: *Nat. Commun.* **7** (2016) 11591.
- [5] S. Kohara and P. S. Salmon: *Adv. Phys. X* **1** (2016) 640-660.
- [6] S. Kohara: *J. Ceram. Soc. Jpn.* **125** (2017) 799-807.
- [7] L. S. R. Kumara *et al.*: *Sci. Rep.* **7** (2017) 14606.
- [8] J. Han *et al.*: *Nano Energy* **49** (2018) 354-362.
- [9] Y. Onodera *et al.*: *Nat. Commun.* **8** (2017) 15449.
- [10] 小原真司他：NEW GLASS **33** (2018) 3-7.
- [11] K. Laaziri *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* **82** (1999) 3460-3463.
- [12] <http://www.wisis2.isis.rl.ac.uk/disordered/database/DBMain.htm>
- [13] H. Morita, S. Kohara and T. Usuki: *J. Mol. Liq.* **147** (2009) 182-185.
- [14] S. Kohara *et al.*: *Nat. Commun.* **5** (2014) 5892.
- [15] A. Zeidler *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* **113** (2014) 135501.
- [16] 小野寺陽平他：NEW GLASS **32** (2017) 25-29.
- [17] T. Kokubo and H. Takadama: *Biomaterials* **27** (2006) 2907-2915.
- [18] P. I. Paulose *et al.*: *J. Phys. Chem. Solids* **64** (2003) 841-846.
- [19] J. H. Campbell and T. I. Suratwala: *J. Non-Cryst. Solids* **263-264** (2000) 318-341.
- [20] S. Inaba *et al.*: *Nat. Mater.* **14** (2015) 312-317.
- [21] U. Hoppe: *J. Phys. Condens. Matter* **12** (2000) 8809-8818.
- [22] R. L. McGreevy and L. Pusztai: *Mol. Simul.* **1** (1988) 359-367.
- [23] M. T. Dove, M. G. Tucker and D. A. Keen: *Eur. J. Mineral* **14** (2002) 331-348.
- [24] R. L. McGreevy: *J. Phys. Condens. Matter* **13** (2001) R877-R913.
- [25] K. Suzuya *et al.*: *J. Non-Cryst. Solids* **345-346** (2004) 80-87.
- [26] M. Tomozawa *et al.*: *J. Non-Cryst. Solids* **56** (1983) 343-348.
- [27] J. E. Shelby: *J. Am. Ceram. Soc.* **66** (1983) 225-227.
- [28] 平岡裕章、西浦廉政：日本物理学会誌 **72** (2017) 632-640.
- [29] 平岡裕章、大林一平：まてりあ **58** (2019) 17-22.

## 小原 真司 KOHARA Shinji

(国) 物質・材料研究機構  
 先端材料解析研究拠点 /  
 統合型材料開発・情報基盤部門 (MaDIS) 情報統合型物質・  
 材料研究拠点 (CMI<sup>2</sup>)  
 JST さきがけ  
 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1 丁目 1-1  
 TEL : 0791-58-0223  
 e-mail : KOHARA.Shinji@nims.go.jp

## 第14回電子分光電子構造国際会議 (ICISS-14) 報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
 利用研究促進部門 高木 康多

## 1. はじめに

ICISS-14 (The 14th International Conference on Electronic Spectroscopy and Structure)<sup>1)</sup>が2018年10月8日から12日の5日間の日程で中国の上海で開催された。ICISSは名前にあるように「電子構造」とそれを調べるための「電子分光」を中心の議題にした会議である。1971年に電子分光会議 (ICES: International Conference on Electron Spectroscopy)として開催されたが、その後、電子構造の研究も会議内容に取り込まれるようになり、現在では吸収分光や発光分光、また走査トンネル顕微鏡など関連手法も広く取り上げられている。近年では2009年に奈良、2012年にフランスのサン・マロ、2015年にアメリカのニューヨークで開催され、今年(2018年)が中国の上海というように、3年ごとにアジア、欧州、北米と順番に開催されている。

今回の主催は上海科技大学 (ShanghaiTech University)<sup>2)</sup>であった。この大学は2013年に創立された新しい大学である。立地は上海の中心地の南東に位置する張江ハイテクパーク内であり、大学周囲にも多くの研究所が立ち並ぶ。また第3世代の放射光施設である上海光源 (SSRF: Shanghai Synchrotron Radiation Facility)<sup>3)</sup>も大学から1 km ぐらいのところにある。大学までのアクセスは、上海浦東国際空港から地下鉄を使って30分程度で最寄り駅に到着し、そこから3 km 程度の道のりをバスかタクシーでの移動になる。上海の中心地にも同程度の所要時間でアクセスできるので交通の便は非常に良い。

会場は大学敷地内にあるコンファレンスセンターで、建物も新しくきれいであった。講演はコンファレンスセンター内の数百名収容の講堂と100名程度収容の講義室の2カ所で行われた。なお、ここにはホテルとカフェテリアが併設される予定である。当初の情報では、このホテルは10月に開業する予定であり、

今回の会議の参加者もそのホテルに宿泊できることになっていた。しかし、実際には工事が遅れて開業が12月に延期されることになり、参加者の多くがホテルの変更を余儀なくされることになった。しかし、主催者側が会場までの朝夕の移動用に十分な本数のバスを用意してくれたおかげでさほど不便は感じなかった。

会議のオープニングセッションの中で、本会議の参加者は22カ国、320名以上と報告された。開催地である中国が100名以上と多いのは当然として、アメリカ、ドイツからそれぞれ50名以上、その他日本以外にもフランスやスウェーデンなど放射光施設がある国からも多くの参加者がおり、北米、欧州、アジアと参加者の地域にあまり偏りがない印象であった。



図1 ICESS-14の会場である上海科技大学内のコンファレンスセンター。写真上が会議場全体写真。手前の低層の建物に講堂があり、奥の建物が開業予定のホテルになる。写真下がエントランス。大きなパネルが設置されていた。

## 2. 会議の概要

会議のスケジュールは初日から 4 日目までは朝 8 時 30 分（初日のみ 8 時）から基調講演として 2 件の講演があり、その後 2 つのセッションが平行で開かれた。最終日は基調講演がなく、シングルセッションのみであった。またポスター発表は初日と 2 日目に分けて設けられていた。各セッションのカテゴリーは以下のようになっている。

- ・ Material & Surface Science-1, 2, 3
- ・ Correlated System-1, 2, 3
- ・ Dynamics-1, 2
- ・ AMO
- ・ Spin and Magnetism in Materials
- ・ Hard X-ray Photoemission
- ・ Spectromicroscopy/Microspectroscopy
- ・ Ambient & In-situ Spectroscopy
- ・ Theoretical
- ・ RIXS
- ・ FEL & Related Techniques
- ・ STM & Related Techniques



図2 講演会場の様子。写真上が講堂。セッションが平行で開かれる場合には写真下の講義室も使用された。

基本的にセッションは測定対象ごとで分けられており、それぞれのセッション内で角度分解光電子分光、時間分解光電子分光などの手法で測定された結果が発表される。一方、硬 X 線光電子分光 (HAXPES) やマイクロコピーなどは独立したセッションになっていた。また光電子分光以外の測定手法でも RIXS (Resonant Inelastic X-ray Scattering) と STM (Scanning Tunneling Microscope) がセッションとして設けられていた。どちらも光電子分光と関連が深く、講演でも光電子分光の測定と相補的に実験結果を取り上げていた。

本会議の全講演件数は基調講演が 8 件、口頭発表が 81 件（うち招待講演 40 件）、ポスター発表が 120 件だった。口頭発表の約半分を招待講演が占めているのが特徴である。発表時間は質疑応答を入れて招待講演が 30 分、一般公演が 20 分となっていて、各セッションの最初に招待講演が 2~3 件あり、その後に一般公演が 2~3 件続く形式で、ひとつのセッションの時間は 2 時間程度になっていた。招待講演が多いということから、講演自体はどれも最先端かつ最新の結果を取り上げており、非常に聞きごたえがあった。もちろん光電子分光界限のすべての話題をカバーしているわけではないが、近年の世界的な傾向を知るには非常に有意義であったと思われる。

## 3. 会議の内容の概略

基調講演では、初日に、東大の Atsushi Fujimori 氏が、XMCD や XMLD を用いた強相関の遷移金属酸化物の研究について、続いて Lawrence Berkeley National Laboratory の Wanli Yang 氏が、マンガンを用いた蓄電池電極の XAS や RIXS による解析について報告された。2 日目に、University of Duisburg-Essen の Uwe Bovensiepen 氏が、ToF (Time of Flight) を用いたフェムト秒の時間分間 XPS について、Lawrence Berkeley National Laboratory の Aaron Bostwick 氏が、ALS (Advanced Light Source) の MAESTRO (the Microscopic And Electronic STRucture Observatory) ビームラインの nanoARPES 装置について報告し、3 日目に、Politecnico di Milano の Giacomo Ghiringhelli 氏が、ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) の ID32 ビームライ

ンの RIXS 装置についてと、Stanford University の Tomas Devereaux 氏が、強相関物質の非平衡状態に対する光電子分光や光電子散乱の理論について報告した。4 日目には、Sorbonne Université の Maria Novella Piancastelli 氏が、SOLEIL の GALAXIES ビームラインでの Tender X 線による HAXPES や IXS を用いた原子分子の解析について、また Tsinghua University の Qi-Kun Xue 氏が、トポロジカル絶縁体の量子異常ホール効果について報告された。それぞれがその日にあるセッションに関連した最先端で重要なテーマを取り上げており、その分野に詳しくなくても解りやすく解説されていた。

各セッションの講演については、セッションがパラレルで進んでいたこともあってすべてを網羅することはできないので、筆者が印象に残ったいくつかの講演について報告する。なお、筆者の興味は測定技術開発が中心になっているので、ここで挙げるものが偏ったものになっているかもしれないがご了承いただきたい。

Material & Surface Science のセッションにおいて、Dalian Institute of Chemical Physics の Qiang Fu 氏から、準大気圧 (NAP) の XPS と PEEM (Photoemission Electron Microscopy) および液滴下の STM を総合的に使った 2 次元物質の解析についての報告があった。金属表面上のグラフェン内への原子のインターカレーションを PEEM で観察し、原子分解能の像は STM で取得する。さらに電子状態は NAP-XPS や ARPES で詳細に解析するなど、同じ試料を複数の operando 測定を用いて総合的に解析しており情報量が非常に多かった。個々の手法のデータも素晴らしいがそれらをまとめ多角的に分析する必要性と、それをひとつの機関の研究グループでできることの利点を改めて感じた。

Hard X-ray Photoemission のセッションでは、University of California Davis の C. S. Fadley 氏が急遽参加できなかったため代わりに Temple University の A. X. Gray 氏が、X 線定在波法による深さ分解の光電子分光について紹介した。定在波法は結晶のブラッグ条件付近の入射角で X 線を入射し、入射波と回折波の干渉による結晶内の定在波を利用する。その腹と節の位置に存在する原子からの光電子の

強度が異なることから深さ分解した光電子分光測定が可能となる。従来の軟 X 線領域では波長が大きいため、超格子の元素分布が解析できる。今回は  $\text{LaCrO}_3/\text{SrTiO}_3$  の超格子の元素分布を計測し、STEM-EELS の結果と非常に良く一致することを報告していた。また価電子帯の深さ方向の変化も測定できることも示された。さらに超格子だけでなく、単結晶でも格子定数が大きい銅酸化物高温超電導体 ( $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ) などであれば軟 X 線で可能であり、同様に各原子層の価電子帯の状態を示していた。加えて、定在波法の RIXS も同様に行っており、 $\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_4$  と  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$  の超格子の深さ分解 RIXS の結果が報告された。

この講演以外にも定在波法に関連した報告は、先程の A. X. Gray 氏や ALS の Slavomír Nemešák 氏からも行われた。特に後者は 2.7 keV の硬 X 線を使って  $\text{GaMnAs}$  の測定を行っており、Ga+Mn サイトと As サイトによって分離した ARPES のデータを示していた。定在波法は結晶の格子定数と波長がうまく一致するような条件が整っている場合には、深さ方向の情報を得るための非常に強力な手段になりうると考えられ、今後の進展が注目される。

Spectromicroscopy/Microspectroscopy のセッションでは、Johannes Gutenberg University of Mainz の Gerd Schönhense 氏から、モーメンタムマイクロスコープについての報告があった。ToF 型のアナライザーを用いており、15 eV から 1.7 keV までの入射光のエネルギーで  $\text{Mo}(110)$  や  $\text{Re}(0001)$  を測定しており、フォトンの運動量が光電子の運動量に移動による光電子回折像のゆがみなどを議論していた。本手法について波数と束縛エネルギー ( $k_x, k_y, k_z, E_B$ ) の 4 次元のマッピングによる情報量の多さと、それを詳細に議論できるところまで開発が進んでいることが強く印象に残った。またこの手法に関連した報告で、Peter Grünberg Institut の Christian Tusche 氏から、2 次元のスピンディテクターを使ったスピン分解の話題や、DESY Photon Science の Dmytro Kutnyakhov 氏から、FEL (Free Electron Laser) を使った時間分解の話題もあった。また定在波法と組み合わせた手法も開発中であるとの報告もあった。このモーメンタムスコープは英国の diamond や日本の UVSOR-III で

も導入の動きがみられ、今後広く普及するとともに様々な応用を含めて発展していくと思われる。

STM & Related Techniques のセッションでは、理化学研究所の Tetsuo Hanaguri 氏から、STM による  $\text{FeSe}_{1-x}\text{S}$  の準粒子干渉像による超電導ギャップの研究についての報告があった。準粒子干渉像は STM の微分コンダクタンス像 ( $dI/dV$ ) から、それをフーリエ変換により運動量空間に変換することで得られる。さらに、そのバイアス電圧を変化させることで運動量空間のマッピングを行い、ARPES により得られた結果と比較していた。ARPES と異なりフェルミ準位よりも上の領域も STM のホール像から得られ ARPES とは異なる情報を引き出せていた。この実験は極低温高磁場下で行われており、その条件で安定して高品質なデータを取得できることは驚嘆に値する。

最終日のすべての講演が終わった最後に、この国際会議の Chair である ShanghaiTech University の Zhi Liu 氏から、SHINE (Shanghai **H**igh repetition rate XFEL aNd **E**xtrême light facility) プロジェクトについての紹介があった。このプロジェクトは SSRF に隣接して硬 X 線 FEL 施設を建設するプロジェクトである。XFEL としては 8 GeV のライナックと 3 本のアンジュレータを持ち、0.4–25 keV のエネルギーをカバーして、10 個のエンドステーションを建設する計画である。施設は全長が 3.1 km になり、地下 30 m にトンネルを掘って建設する。2017 年の 11 月に政府から承認され、2018 年から 2025 年までの 7 年の計画であり、すでに工事が着工しているとのことである。中国の科学技術への投資の規模とその迅速さは、今後の中国が放射光の分野でもさらに強い存在感を示してくるであろうことを予感させていた。

#### 4. おわりに

クロージングセッションで本会議のポスター講演の中から選ばれるポスター賞の表彰があった。120 件のポスター講演の中から 5 名が選出された。日本からは東大物性研の Koichiro Yaji 氏が受賞した。内容は東大で開発しているレーザーを励起光とした ARPES 装置についてであり、トポロジカル絶縁体やラシュバ効果などを対象とした研究である。内容は非常に精練されており、ポスター発表でなく招待講演になっても

おかしくない研究であった。

本会議は全体を通して非常に滞りなく運営されていたと思う。特に ShanghaiTech University の学生を含めた運営のスタッフが要所所で適切に仕事をこなしており、参加者が非常に助かっていた。

次回の ICES-15 はフィンランドの Oulu 大学で 2021 年の 8 月 23 日から 27 日の日程で行われると Marko Huttula 氏からアナウンスがあった。同じ北欧スウェーデンにある放射光施設 MAX-IV でのサテライトも計画しているとのことである。

#### 参考文献

- [1] <http://www.ices2018.org/>
- [2] <http://www.shanghaitech.edu.cn/eng/main.htm>
- [3] <http://e-ssrf.sinap.cas.cn/>

高木 康多 TAKAGI Yasumasa

(公財) 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 : ytakagi@spring8.or.jp

## 第 12 回 NOBUGS 国際会議 (NOBUGS2018) 報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
情報処理推進室 松本 崇博

### 1. はじめに

今回で 12 回目となる New Opportunities for Better User Software (以下、NOBUGS) の国際会議が 2018 年 10 月 21 日から 26 日にかけて、米国ニューヨーク州のブルックヘブン国立研究所 (BNL) にて開催された<sup>1)</sup>。NOBUGS は、世界の放射光施設、中性子施設及びミュオン施設に関わる科学者と IT 技術者のコラボレーションを促進することを目的として開催されている。今回の NOBUGS2018 では以下に示すテーマが設定され、実験ユーザー向けソフトウェアに関する話題が中心として取り扱われた。

- Data Catalogs/Electronic Notebooks
- Data Streaming
- Use of (commercial) Cloud Systems
- Web Tools
- Workflow Engines & Tools
- Other Relevant Topics

本会議は参加者が 82 名、口頭発表が 23 件及びポスター発表が 26 件と小規模であったが、NSLS-II、European XFEL、ESRF、Diamond、MAX VI、APS、ISIS、ESS など、米国や欧州の主要な放射光施設や中性子施設から幅広い参加があった。日本からは SPring-8 から出席した筆者の他、J-PARC MLF (物質・生命科学実験施設) 関係から 4 名の参加者があった。NOBUGS2018 では少人数でパレルセッションもないことから、会議の中で参加者と次第に打ち解けていきやすい雰囲気があった。またプロシーディングスの提出も必要ないことから堅苦しい雰囲気もなく、気軽に意見交換しやすい場である所がユニークな特徴であると感じた。筆者は SPring-8 においてオープンデータに向けた開発研究を進めているが、現在抱えている課題について他施設の方々と遠慮なく率直に

意見交換できる機会も得られ、貴重な経験となった。本会議では 3 つの基調講演も行われたが、全て IT 企業の方々の講演であった。Continuum Analytics の共同設立者の Peter Wang 氏による Python とデータ分析の講演もあり、科学者と IT 技術者の間で活発な交流が行われていた。

本会議は、2014 年 10 月から稼働を始めた新しい放射光施設 NSLS-II の近くにある Computational Science Initiative で開催された。BNL は SPring-8 と比べても広大であり、車での移動が前提となっている。筆者は BNL 内の宿舎に宿泊していたが、宿舎から NOBUGS2018 の会場まで徒歩 20 分程度かかった。車なしでは BNL から抜け出すことが困難であり、雑念にとらわれることなく会議に没頭できる環境にあった。BNL 施設内は消防署や警察署もあるなど施設全体が街を形成しているのが印象的であった。一方、施設内では七面鳥や鹿など野生動物に触れる機会もあり、豊かな自然を感じることもできた。



図 1 NSLS-II 施設の前で撮影した NOBUGS2018 参加者の集合写真

### 2. 会議報告

ここでは、本会議において筆者が印象に残った実験データ収集やデータ解析ソフトウェア、及びオープンデータに関する話題について紹介する。

世界の放射光施設や中性子施設では実験計測で用いるフレームワークの標準化が進められている。標準化されたフレームワークを施設内の複数のビームラインに横断的に導入することで、実験計測システムの高性能化が効率的に進められている。代表例としては Tango<sup>[2]</sup>や EPICS<sup>[3]</sup>といった制御フレームワークが挙げられる。これは SPring-8 における MADOCA<sup>[4]</sup>と同様、大規模な制御システムにおいて、分散ネットワーク化にある機器やアプリケーションの制御を統一した手続きで簡易に行う枠組みである。

データ収集に関しては、このような標準化されたフレームワークとリンクして利用できるソフトウェアが数多く報告された。一例として ESRF で開発が進められている Bliss<sup>[5]</sup>の報告があった。これはビームライン実験計測でよく使われている spec<sup>[6]</sup>を改良したもので Python をベースに作られている。Tango と連携することもでき、Continuous Scan や Step Scan、データマネージメント等が柔軟に行えるように機能拡張されていた。ESRF では spec から Bliss へと全面的に更新することを決断し、2016 年より Bliss の導入を進めている。ESRF で準備が進められている次期放射光計画 EBS 移行時のシャットダウン中（2019～2020 年）にビームラインの半数を Bliss に置き換える予定とのことであった。また、NSLS-II において導入が進められている Python ベースのデータ収集フレームワーク bluesky<sup>[7]</sup>の報告もあった。bluesky は EPICS と連携しており、GPFS をビームライン共通のファイルストレージとして用いている。Python を用いることにより、機器制御やデータ収集、及びデータマネージメントの高度な処理が簡易に行えるように工夫されていた。

実験データを保存するためのデータフォーマットも標準化の対象として重要であり、後で述べるオープンデータでも関わる項目である。欧州では PaNdata<sup>[8]</sup>において放射光施設と中性子施設における実験データの取り扱い方針を定めているが、NeXus<sup>[9]</sup>を共通のデータフォーマットとして使うことを推奨している。NeXus は日本では利用例が少ないが、海外では多くの施設で広く活用されている。NeXus は HDF5 データフォーマット<sup>[10]</sup>をベースとして用いており、様々な型のデータやファイルを、階層構造を持たせてひとま

とめに行うことができる。HDF5 そのままでは自由度が高いため、NeXus ではさまざまな実験計測で共通に利用するための定義を設けている。

データ可視化やデータ解析ソフトウェアにおいても、NeXus とリンクして利用できるものが多く報告された。一例として DESY で開発が進められている 2 次元画像可視化ソフトウェア LaVue<sup>[11]</sup>の報告があった。LaVue では NeXus を含む多様なファイルフォーマットに対応すると共に、HiDra<sup>[12]</sup>と呼ばれる高速データ転送ソフトウェアや、2 次元検出器データ収集フレームワーク Lima<sup>[13]</sup>など、多様なインターフェースと連携できるように工夫されていた。他には米国の研究機関が共同で開発を進めている XiCam<sup>[14]</sup>の報告があった。XiCam ではローカルやリモートにある多様なフォーマットのデータにアクセスし、SAX/GISAX や XAS、Tomography 等さまざまなデータ解析をプラグインにより柔軟に行えるように実装されていた。

画像データ解析では大容量データ処理の手法も重要となる。Coherent Diffraction Imaging を高速処理するソフトウェア<sup>[15]</sup>や、機械学習を活用し 2 次元検出器画像で類似した領域ごとに分割を行うソフトウェア SuRVoS<sup>[16]</sup>の報告もあった。本会議で報告があったこれらデータ収集やデータ解析ソフトウェアは SPring-8 でも活用できそうなものも多く見られた。SPring-8/SACLA 内で広く情報共有し、積極的に利用検討を進めていく必要性を感じた。なお、報告があったソフトウェアのほぼ全てが GitHub や GitLab を用いてコード管理をしており、外部公開されていた。筆者も SPring-8 内で GitLab の運用を行っているが、今後このようなソフトウェア管理・公開の取り組みがより重要になると思われる。

オープンデータに関しては、本会議で最もアクティブなテーマであったように思う。各施設からの報告があったが ESRF での取り組みが最も進んでいるように感じられた。

オープンデータでは FAIR の概念が重要視されている。FAIR とは Findable (見つけられる)、Accessible (アクセスできる)、Interoperable (相互運用できる)、Re-usable (再利用できる) の頭文字をとったものであり、オープンデータで利用できるデータについて定義している。FAIR の条件を満たすためには、実験計



測におけるサンプル情報や実験条件などをメタデータとして定義し、メタデータカタログ(データベース)に登録する必要がある。このメタデータカタログを通して、必要なデータを検索しアクセスできるようになる。

メタデータカタログには ICAT<sup>[17]</sup>を用いることが PaNdata の方針となっている。しかしながら、本会議では新しいメタデータカタログの開発例がいくつか報告された。これら新しいメタデータカタログでは、実験毎に異なるメタデータを柔軟に扱い、より現実に即した利用を行うため、スキーマレス DB を用いていた。例としては MAX VI や ESS などが開発されている MongoDB を用いた SciCat<sup>[18]</sup>、BNL における Elasticsearch を用いた開発例の報告があった。筆者が SPring-8 において開発を進めている実験データ転送システム BENTEN<sup>[19]</sup>でも Elasticsearch を用いたメタデータ管理を行っているが、今後、海外の動向も注視して開発を進めていく必要性を感じた。

研究データにデジタルオブジェクト識別子 (DOI)<sup>[20]</sup>を付与する取り組みについての報告もあった。研究論文への DOI の付与は既に浸透しているが、研究データにも DOI を付与する動きがここ最近進んできている。研究データに DOI を付与するメリットとしては、研究論文によるデータ引用が挙げられる。データ公開者にとっても自分が公開したデータがどの研究論文で利用されているのか把握できるようになるメリットもあり、研究データへの DOI 付与により新しい文化が生まれることが期待されている。

オープンデータの開発は各施設において急ピッチで進められているが、ESRF では研究データのオープンアクセスのための Web ポータルを立ち上げ、運用を開始したとのことであった。先に述べた研究データに DOI を付与するためのインターフェースの整備も進んでいた。オープンデータにおいてはデータアクセスのためのデータポリシーも重要となるが、欧州ではエンバーゴの期限 3 年を過ぎたのちはデータが一般公開されることになっている。

他、クラウド利用もオープンデータの話題でよく議題になる項目であるが、本会議では J-PARC MLF においてデータ配送及びデータ解析ファームで試験的に利用している事例のみ報告があった。J-PARC の担

当者に伺ったところ、J-PARC MLF では JAEA が運用していることからセキュリティ対策に非常に注意を払っており、オープンデータのため外部から施設内の計算機に直接アクセスするのは避けたい、という意向があるようであった。このため、クラウド上にデータ転送しオープンアクセスする手段について積極的に試験を進めているようである。クラウドでデータ利用するにはデータダウンロード時に課金が発生するが、現在は扱うデータ量が少ないこともあり施設側で負担しているとのことであった。今後、大容量データのストレージやデータ解析でのコスト低減のためクラウド利用がより注目されると考えられるが、実際の利用が進むにつれ運用手法がより確立していくだろう。

会議の最終日には NSLS-II の施設見学があり、ビームラインや制御室を見学した。NSLS-II は運用を始めたばかりであるため、施設は新しくとても綺麗であった。中央制御室では情報掲示用に大型のタッチパネルディスプレイが整備されていた。施設内には 24 のビームラインが稼働しているが、BNL で開発された Python ベースのデータ収集フレームワーク bluesky が各ビームラインに導入され、実際に便利に活用されているところを拝見することもでき、印象に残った。



図2 施設見学で訪れた NSLS-II ビームライン

### 3. おわりに

会議後半 10 月 25 日、26 日は NOBUGS2018 のサテライト会議があり、NeXus の International Advisory Committee (NIAC)<sup>[21]</sup>にオブザーバーとして参加する機会を得た。NIAC では NeXus データフォ

ーマットに関する規則を定めたり、NeXus 利用を促進するなどの活動を進めている。会議では NeXus で現在課題になっている項目が挙げられ、今後どのような方針で進めていくのか議論がされていた。SPring-8 では、まだ NeXus の利用事例はないが、NIAC で議論されていた項目は今後データフォーマットをどのように定義して利用するのか考えていく際にも有用であり大変参考になった。筆者はオープンデータの取り組みを進めていることから NIAC に興味を持ち、NOBUGS2018 の後、NIAC のメンバーとして正式に承認されることになった。今後、NOBUGS2018 で顔なじみになった他施設関係者の方々と連携し、NeXus の利用も念頭に置きながらオープンデータやその他の開発研究を精力的に進めていきたい。

次回の NOBUGS は DESY がホストし、European XFEL があるドイツ・ハンブルグにおいて開催される予定である。

#### 参考文献

- [1] <https://www.bnl.gov/nobugs2018/>
- [2] <http://www.tango-controls.org/>
- [3] <https://epics.anl.gov/>
- [4] 古川行人 他:SPring-8/SACLA 利用者情報 **19**(2014) 392-395.
- [5] <http://www.esrf.eu/computing/bliss/doc/bliss/>
- [6] <https://certif.com/spec.html>
- [7] <https://nsls-ii.github.io/bluesky/>
- [8] <http://pan-data.eu/>
- [9] <https://www.nexusformat.org/>
- [10] <https://support.hdfgroup.org/HDF5/>
- [11] <https://confluence.desy.de/display/FSEC/LaVue+-+Live+Image+Viewer>
- [12] <https://stash.desy.de/projects/HIDRA/repos/hidra/>
- [13] <http://lima.blissgarden.org/>
- [14] <https://www.camera.lbl.gov/xi-cam-interface>
- [15] <https://github.com/advancedPhotonSource/cdi>
- [16] <https://diamondlightsource.github.io/SuRVoS/>
- [17] <https://icatproject.org/>
- [18] <https://github.com/SciCatProject/>
- [19] T. Matsumoto *et al.*, “Experimental Data Collection and Data Access Software Through Internet at SPring-8”, AIP conference proceedings (SRI2018)
- [20] <https://www.doi.org/>
- [21] <https://www.nexusformat.org/NIAC.html>

松本 崇博 MATSUMOTO Takahiro

(公財) 高輝度光科学研究センター 情報処理推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3270  
e-mail : matumot@spring8.or.jp

## 第 15 回アジア結晶学連合会議 (AsCA2018) 報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
 利用研究促進部門 杉本 邦久  
 タンパク質結晶解析推進室 熊坂 崇

## 1. はじめに

アジア結晶学連合が開催する AsCA Conference は今回で 15 回目を迎え、主要加盟国での開催が一巡する最後の会合として、ニュージーランドのオークランド市で 12 月 2~5 日の 4 日間にわたり開催された。同市は首都ではないが国内最大の都市で、会場となったオークランド大学は国内有数の規模を誇る(図1)。参加者は 455 名と比較的大きな規模となり、オーストラリアの 93 名を筆頭に、ニュージーランド 86 名、日本 85 名などとなった。

以下、物質系の内容については杉本が、生物系については熊坂が分担執筆した。パラレルセッションであったことや紙幅の都合もあり、全体をカバーできていないことはご容赦願いたい。



図1 会場全景。Owen G. Glenn Building, The University Auckland。

## 2. 物質系分野

物質系では、ガス吸着材料として工業化が期待されている MOF (Metal Organic Frameworks) に関する講演が目立った。MOF は、金属イオンと有機化合物により構築された多孔性の金属錯体フレームワークであるが、ゼオライトに比べて軽量で分子設計や合成も容易であることから、近年、結晶学の分野でも注

目を集めている。

まず、1 日目の Keynote Lecture では北川宏氏 (京都大) により、金属-金属-ハロゲン一次元鎖 (MMX 鎖) により構築される結晶構造と創出されるプロトン伝導性に関する講演が行われた。本講演では、様々な MMX 鎖の合成及び結晶構造と物性が報告され、特に 4 本の MMX 鎖によって構築される MOF ナノチューブの空間内に存在する水分子を介した伝導性の劇的な向上については構造的にも説得力があり印象的であった。

Crystal engineering のセッションでは、MOF の結晶構造及び物性だけでなく、水素結合などの超分子シントンをを用いた分子間の弱い相互作用により構築される結晶構造と物性に関する講演が行われた。Hoi Ri Moon 氏 (Ulsan Natl. Inst. Sci. Tech.) は、柔軟性を有する MOF に関する講演を行った。本研究では、特にシアノ基をデザインとして組み込んだ MOF は、CO<sub>2</sub> ガスにより加圧することによって細孔を開口することができ、さらに触媒作用を向上させることを見出した。また、植草秀裕氏 (東京工業大) は、超分子シントンを活用した Crystal engineering として、液体のリモネン及び類縁のモノトルペンがビスフェノールと共結晶化することにより捕捉した結晶構造に関する講演を行った。

Solid state reactions and dynamics のセッションでは、Arnaud Grosjean 氏 (Univ. Western Australia) が、可塑性を示す針状結晶に関する講演を行った。本結晶は、オーストラリアシンクロトロンマイクロビームを用いて圧力により曲げた状態での構造解析に成功している。その結果、曲げを生じた内側と外側をマッピング構造解析することにより、分子間の弱い相互作用が結晶性を維持することに寄与していることが明らかになった。大原高志氏 (原子

力機構)は、2-(2'-hydroxyphenyl)benzimidazole の  $\alpha$  型結晶内で生じる分子内のプロトン移動の温度依存性について報告した。本分子内のプロトン移動は、297 K の高温領域でのみ生じ、エノール型(O-H $\cdots$ N) からケト型(O $\cdots$ H-N) への変位は J-PARC での中性子単結晶構造解析によって明らかになった。関朋宏氏(北海道大)は、金(I)イソシアニド錯体の機械的刺激による結晶構造の変化が、単結晶-単結晶相転移様式で進行することを報告した。さらに、この機械的な刺激は青色の発光を促し、発光の変化の要因として金原子間の相互作用が鍵となっていることを明らかにした。焼山佑美氏(大阪大)は、H型の分子構造を有する有機化合物の結晶化で用いる溶媒を選択することにより、ペンタンやヘキサンを可逆的に吸脱着できる結晶構造の構築に成功した。

Structure and properties of functional materials のセッションでは、Pramod Halappa 氏(Indian Inst. Sci.)が PbW<sub>(1-x)</sub>Mo<sub>x</sub>O<sub>4</sub> 粒子の光触媒有機変換活性に関する結晶構造との相関の講演を行った。本研究では、平均的な結晶構造をリートベルト解析で決定しただけでなく、局所構造を明らかにするために、中性子全散乱粉末回折データによる Pair Distribution Function 解析を行った。紫外線照射下で行われたその場観察の構造解析から構造の不規則性や局所構造の変動は、触媒活性と相関していることが明らかとなった。

MOFs and hybrid materials のセッションでは、Stuart Batten 氏(Monash Univ.)が、アルキルアミン配位子を用いた MOF の合成及び結晶構造について報告した。本研究では、選択的に CO<sub>2</sub> ガスの固定を意識した設計になっており、優れた二酸化炭素の吸着容量と選択性及び水に対する高い安定性を示すことが明らかとなった。さらに、芳香族炭化水素混合物の分離のための分子ふるいや不均一系触媒を目的とした、配位子骨格への金属カルボニル種の導入の取り組みについても報告があった。また、同大学の Winnie Cao 氏は、最近、潜在的な分子ふるいとして検討されているキラル配位ポリマーに関する報告を行った。エナンチオマーを選択的に分離するための多孔質キラル配位ポリマーの利点として、孔の形状および大きさの調整可能性であることが挙げられ、本研究では、ナフタ

レンジイミド配位子により構築した多孔質キラル配位ポリマーが、キラル分割用材料として有望であることを示した。

Hot structures - chemistry のセッションでは、河野正規氏(東京工業大)が自己集積化を制御することにより構築される配位ネットワークに関する結晶構造解析と吸着特性、酸化還元特性の講演を行った。本来、結晶は熱力学的安定な状態で得られるが速度論的に準安定な構造を生み出すことにより特異な細孔を有する MOF の構築に成功した。

筆者が、材料・物質に関わるセッションの全体を通して感じたことは、昨年インドで開催された IUCr2017 では、MOF だけではなく、医薬品に関連した共結晶体、PDF 解析の講演が多く見受けられた。一方、今回の AsCA2018 では、MOF に重点をおいたセッションの編成になっていた。材料・物質の起源を理解する上で、今後も放射光は大変強力なツールであることは変わらないが、世界的なニーズを把握するという点においては、プログラム委員や地域性の違いはあれども、今後も注視していく必要があるであろう。

### 3. 生物系分野

一方の生物系では、近年進展が著しい cryoEM の話題が目立った。いわゆる Single particle analysis は蛋白質分子をグリッドと呼ばれる試料ホルダに溶媒ごと分散させ、クライオ温度で氷包埋により固定して、電子線を照射、単粒子の投影像を多数集め、3次元に再構成する手法である。Electron counting が可能な検出器の出現で像の S/N が格段に改善し、今や結晶解析に迫る空間分解能の分子構造が得られるようになり、特に超分子複合体など生命の中で重要な機能単位となる分子構造の解析に威力を発揮するようになった。解析対象は比較的大きな分子量を必要とし、かつ空間分解能は 3~4 Å より低い解析が中心であるが、生物研究においてはそれでも重要な情報を続々と提供しつつある。Marc Strom 氏は、近年の高機能電顕開発をリードする Thermo Fisher 社(旧 FEI 社)で開発を担当した。タンパク質分子の単粒子解析にとどまらず、細胞の Tomography など、X線よりも大きい電子線の散乱断面積を生かして、軽元素からなる物質=生命体の可視化を総合的に進めている様子が観

えた。また、Tamir Gonen 氏 (UCLA) は、microED (微小結晶電子線回折) がタンパク質結晶のみならず、低分子結晶の構造解析に威力を発揮しつつあることを印象付けた。動的回折が無視できないが、高分解能の回折データを微小結晶から短時間に収集できることもあり、その発展は放射光での測定との関係になんらかのインパクトを与える可能性がある。

CryoEM や microED の有用性が強く認知されてきた一方で、アメリカ結晶学会長も務める George Philipps 氏 (Rice Univ.) は、X線の利点を生かした室温での測定により動的構造解析の進展を期待するとともに、それによって描かれうる分子構造のエネルギー地平を求めていくことが次なる目標になるであろうと述べた。もちろん、そのためには、レンジの広い時分割測定を実現するとともに、照射損傷の課題をクリアしていく必要がある。

この課題解決の期待が高まる手法として、昨今の進展が著しい XFEL とシリアル結晶学のセッションでは、久保稔氏 (兵庫県立大) がトップバッターとして、最近の成果であるチトクロム酸化酵素と P450nor の SACLA での時分割解析について述べ、Serial femtosecond crystallography (SFX) に高速顕微分光測定を組み合わせ反応過程の構造トレースを分光学の裏付けのもとで進めた。従来、光解離速度が遅いとされてきたケージ化合物の利用例も示し、新たな可能性を感じさせた。Richard Bean 氏は European FEL の最新の情報を提供した。10 Hz 周期ながら、1 トレーンに 2700 パルスを含む最大 4.5 MHz のパルス光が発生でき、MHz serial crystallography が売りである。LCLS に倣ってか、真空中での Aerosol jet/Liquid jet/Fixed target によるサンプル導入は既に準備されているが、極短周期のパルス光は Liquid explosions を生じ、今後の課題となるであろう。筆者は、SPRING-8 で進めている室温での固定ターゲットシリアル測定法について報告した。HAG 法により微小結晶を室温に保持することで、SFX と互換性の高い測定を行うことができ、その事前の試料評価はもちろん、今後はアンジュレータからの光を分光せずに使う Pink beam により効率的な測定を実現して、時定数の遅い動的解析に使えるように進めていく計画を示した。また、Keynote lecture として Richard Neutze 氏 (Univ.

Gothenburg) は、氏が SFX の可能性を示した “Diffraction before destruction” の紹介を皮切りに、LCLS や SACLA で進められた SFX の現状を紹介しつつ、自らが進めた Photosynthetic reaction center について光励起後の 1、5、300 ps 後の構造を示し、光照射による電荷分離の様子を可視化した最新の時分割構造解析を報告した。また、佐藤文菜氏 (自治医大) は、血液中で酸素運搬に関わるミオグロビン・ヘモグロビンのガス吸着と解離の機構について、放射光を活用した時分割測定で詳細に解析した一連の研究を紹介した。

タンパク質結晶学の大きな課題である結晶化についてもセッションが持たれた。Fasseli Coulibaly 氏 (Monash Univ.) は、微小結晶調製について昆虫細胞中での結晶化の開発状況を示した。Monica Budayova-Spano 氏 (Univ. Grenoble-Alpes) は透析膜を利用した結晶化法の開発について述べた。日本でもかつて新村信雄氏 (茨城大) らが大型結晶調製のために類似の技術開発を行っていたが、時期を経て microfluidics を用い、装置の高性能化を進めていた。Robert Thorne 氏 (Cornell Univ.) は、水のガラス転移温度以下のクライオ温度 (~100 K) では分子構造に artifact を生じるため、180 K 以上の測定により室温測定と連続したタンパク質構造の可視化を進めている。この温度では冷却して数分以内に氷晶が析出するため、その前にデータを取得せねばならない。近年の高速なピクセルアレー検出器ではわけもない測定であり、我々の HAG 法と連携すると汎用的な利用ができそうで、運動性の高いループ領域の可視化などに威力を発揮するかもしれない。

生物学的に Hot な分子の解析報告も目白押しであった。Yanli Wang 氏 (中国科学院) からは CRISPR-Cas の構造解析を総合的に進めている現状を紹介、日本からは阿部一啓氏 (名古屋大) が強酸性の胃酸分泌を担う胃プロトンポンプの結晶構造を、中川敦史氏 (大阪大) が 2 重殻を持つイネ萎縮ウイルスの構造と構築原理を、村上聡氏 (東京工業大) が多剤耐性菌の薬剤排出 ABC トランスポーターの構造を紹介し、鈴木俊治氏 (東京大) は生命のエネルギー源を合成する酵素 F<sub>1</sub>-ATPase の回転機構の詳細をクライオトラップした結晶構造を報告した。Plenary lecture として、

David Eisenberg 氏 (UCLA) は、脳疾患に関わるアミロイド繊維の構造解析を報告した。繊維状物質の単結晶作成は難しいとされるが、網羅的な研究によりさまざまな種類のアミロイドで繊維化のカギとなる部位を特定し、その分子パッキングの詳細を次々と紹介されたのは圧巻であった。また、本会合はオーストラリア・ニュージーランド結晶学会 (SCANZ) の年会 (CRYSTAL 32) と合同開催で、同学会が授与する Bragg Medal の受賞講演も行われた (図 2)。Mitchell Guss 氏 (Univ. Sydney) は 70 年代のタンパク質結晶学黎明期から今に至る研究を述懐され、当時のデータ収集や解析を豊富な写真で紹介されたのは強く印象に残った。

結晶解析では常に問題となるデータの扱いについてもセッションが持たれた。筆者は完全にはフォローできなかったが、オープンデータ・オープンサイエンスが着実に進みつつあり、データ量が膨大であっても取り組んでいかねばならない流れができつつある。川端猛氏 (大阪大) は一気に進みつつある cryoEM のデータベース化を紹介したが、既に膨大な蓄積がある結晶構造解析についても、今後関係機関と連携して進めていく必要性を感じた。



図 2 会場内。Mitchell Guss 氏 (Univ. Sydney) の受賞講演。



図 3 会場内。企業展示の様子。

#### 4. おわりに

以上で報告を終えたいが、今回も Rigaku をはじめとするスポンサー各社の手厚い支援の下 (図 3)、域外の欧米からの参加者が 56 名と多く、特に招待講演者の割合が高く mini IUCr (国際結晶学連合年会) のような活況だったこともあり、やや散漫な内容になってしまったことをご容赦願いたい。次回 2019 年は、IUCr Conference の 2020 年開催を控え、1992 年に第 1 回の AsCA Conference が開催されたシンガポールに戻って開催されることが決まっており、再び活発な議論が期待される。

杉本 邦久 *SUGIMOTO Kunihisa*

(公財) 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 : ksugimoto@spring8.or.jp

熊坂 崇 *KUMASAKA Takashi*

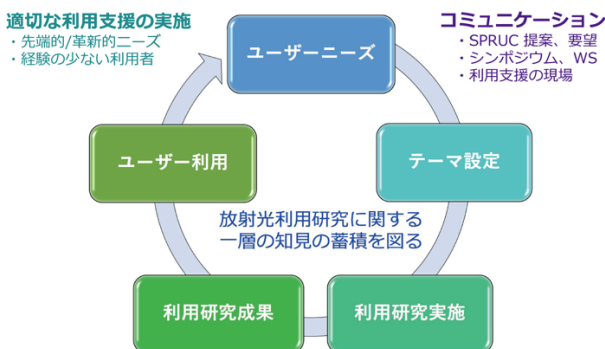
(公財) 高輝度光科学研究センター タンパク質結晶解析推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : kumasaka@spring8.or.jp

## 登録機関による施設利用研究活動評価の実施について

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

### 1. はじめに

公益財団法人高輝度光科学研究センター（以下「JASRI」という）は、「特定先端大型研究施設の共用の促進に関する法律（共用促進法）」に基づく登録施設利用促進機関として大型放射光施設 SPring-8 及びX線自由電子レーザー施設SACLAの利用促進業務を行い、これらの施設の共用を促進するための様々な業務を行っています。



放射光を利用するユーザーは増加し、その研究分野は多様化しています。ユーザーが短期間のうちに世界トップレベルの研究成果を創出するためには、高性能な実験装置とともに、専門的な視点や豊富な経験に裏付けされた「支援」が求められ、そのためには、JASRI スタッフが最先端の放射光技術を開拓しつつ、知識・経験を常に向上させることが必要となります。その必要性は文部科学省が定めた「特定放射光施設の共用の促進に関する基本的な方針（告示第9号 平成23年2月7日）」の中で「第2施設利用研究等に関する事項/登録機関の研究機能の強化」として述べられています。

そのため、JASRI による SPring-8 及び SACLA における研究活動については、登録機関自らが施設を利用した研究手法の改善など施設利用研究を促進するための方策に関する調査研究等を行うものとして、共用促進法の第12条「登録施設利用促進機関による利用」

に基づき、文部科学大臣の承認を受け実施しています。

この条項に基づき、JASRI では登録機関が利用するビームタイム枠は「12条枠」、またその枠内で実施される研究・開発課題は「12条課題」と呼称し、同枠の利用、同課題の実施にあたっては、ユーザーの要望を反映させるとともに、JASRI の研究機能の維持・向上を図りつつ、適正な一般枠を確保するため、ビームタイムは SPring-8 においては全体の20%、SACLA においては全体の15%を上限と定めています。

### 2. SPring-8、SACLA における12条利用研究活動の評価

12条利用については、外部有識者から構成される登録機関利用研究活動評価委員会を設置し、次項に記載した観点から評価することとしています。この度、2012B 期から 2017B 期の12条利用の実施結果を対象として2018年9月19日に評価委員会が開催され、2018年10月25日付けて評価報告書が理事長に提出されました。今般、評価委員会から提示された評価結果の概要は以下の通りです。報告書の全文については、以下 URL にアクセスの上、ご覧ください。（JASRI ホームページ：登録機関利用研究活動評価報告書 <http://www.jasri.jp/content/files/koukai-jyouthou/181025.pdf>）

なお、12条利用に対する評価は平成20年9月に第1回（同 <http://www.jasri.jp/content/files/080710.pdf>）、平成25年2月及び6月に第2回（同 <http://www.jasri.jp/content/files/130620.pdf>）が実施されており、今回が3回目となります。

#### 第3回登録機関利用研究活動評価委員会 委員一覧

委員長 野村 昌治

（高エネルギー加速器研究機構 ダイアモンドフェロー）

委員 佐々木 聡

(東京工業大学 名誉教授)

佐藤 衛

(横浜市立大学 教授)

下村 理

(高エネルギー加速器研究機構 名誉教授)

中瀬古 広三郎

(住友ゴム工業株式会社 技監)

米田 仁紀

(電気通信大学 教授)

### 第3回登録機関利用研究活動評価委員会 開催概要

開催日：2018年9月19日(水)

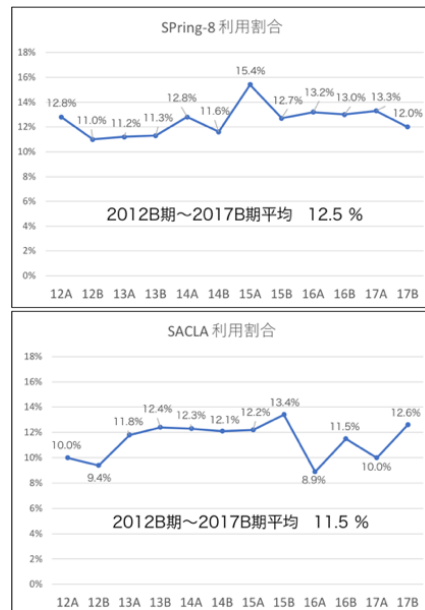
議事：概要説明、利用研究活動成果報告等の発表、  
評価・審議など

#### (1) 運営方法について

制度的には前回(平成25年)の評価における提言、指摘事項に適切に対応されており、適正であると判断される。前回委員会の提言に沿った形で、ユーザーからの意見をビームライン(以下「BL」という。)の整備・開発計画に反映し、X線検出器の整備やBL整備計画が作成されていることは評価できる。更に、ユーザーと共同開発ないし相談・依頼を受けての開発を進めることも検討してほしい。一方で、インハウス課題(国内外の放射光利用の動向とユーザー等のニーズに基づき、共通基盤機器の開発、新規手法開発、装置高性能化等を効率的かつ機動的に実施する課題として、ユーザー利用枠とは別に確保されている高性能化・調整枠の中で実施する課題)と一般利用課題(利用手法の開発や先導的利用研究を実施する課題として、JASRIスタッフが一般ユーザーと同様に課題申請を行い、採択された上で実施する課題)の区別がやや便宜的になっている様に見える事例もあり、高性能化・調整枠の中で実施すべき装置の調整等が12条利用となっている例も散見された。12条利用による成果の情報が適切に伝えられ、12条利用により利用環境が改善されていることをユーザーが理解できるよう、更なる努力を期待する。

#### (2) 利用状況について

SPring-8、SACLAの12条利用のビームタイムに



ついて、平均値から判断すると適切な利用であると判断できる(Spring-8が12.5%、SACLAが11.5%)。また、前回の指摘に基づき、実験装置の入れ替えや実験条件の切り替えに要する時間は12条利用の外数として適切に整理されており、いくつかのBLにおいて、装置入れ替え・調整時間を短縮する等の努力が進められている。12条利用に充てられる高性能化・調整枠について、ユーザーの機器入れ替え・調整や成果専有時期指定課題、測定代行課題等の利用により、12条利用に充てる時間の不足が懸念されるBLもある。成果専有時期指定課題等を一般利用枠として計数し、相当する時間については次期の高性能化・調整枠を増やすなどの検討が必要である。

#### (3) 実施体制について

諸外国の放射光施設と比較してBL担当者などの人員が不足しており、人員体制の充実に向けて、設置機関と共に継続して努力する必要がある。既に理事長ファンドなどで機会を設けているが、職員が世界的な視野を持って職務に当たることは重要で、積極的に視野を広める機会を拡大することが望まれる。理事長ファンドなどの若手スタッフへの支援の取り組みや外部の競争的資金の獲得状況は高く評価できる。また、成熟した利用手法においては、試料調整や放射光以外の手法を用いた評価を合わせて初めて論文となることが多いため、世界の状況も調査し、施設、ユーザーが果たすべきことについて設置者を含めてオープンに議論し、研究環境や研究体制などの改善を図ることも



望まれる。今後、有力ユーザーや設置機関と共同して大型の外部資金の申請を積極的に行えるよう工夫することを期待する。

(4) 研究成果について

SPring-8の特長を活かした開発が行われ、優れた成果が報告されており、新しい研究に繋がるとともに、実験の高性能化・効率化にも資することが期待される。また、産業利用では、新たな分野の開拓が進められ、ユーザーの要望に応えた装置改良が行われている。SACLAにおいてはXFELの利用自体が開発途上にあり、開発、高度化など、12条利用の成果は不可欠なものとなっている。成果を公共のものとするためにも、より多く文書化して発表することが望まれる。また、BLで開発された技術や装置利用を他のBLにも展開することを更に心がけて欲しい。

(5) 今後の運営について

放射光施設における利用者支援は、施設職員が信頼される研究パートナーとして、豊富な経験、専門的な視点から、適切な研究支援を行うことによって、高い研究成果を効率的に創出するために行うものである。そのためには施設職員が担当BLなどを利用した研究に精通し、高い意識を持って職務に当たる必要がある。高い研究成果を施設から出し続けるためには、施設の性能を最大限に引き出す努力や変化するニーズへの対応を継続して行う必要があり、そのためにも12条利用を活用することが極めて重要である。12条利用の活用の際には、インハウス課題と一般課題の性格の違いをより明確にした運用が望まれ、インハウス課題については、SPRUCなどユーザーの意見を踏まえて議論し、それに基づいて実施することが望まれる。新しいユーザー開拓のための試行実験やBL性能の限界に挑むユーザー実験の予備的検討を職員がユーザーと共に実施することなども検討に値する。高性能化・調整枠での成果専有時期指定利用や代行測定により、12条利用が極度に圧迫される場合は、それらを事後的に一般利用として整理し、必要なビームタイムを次期に確保するなど工夫をすべきである。

(6) 総評

新たな利用研究分野を開拓し、新しいユーザーを積

極的に開拓し、将来計画の実施に向けての様々な開発を行う手段として12条課題を活用することを期待する。BL担当者が外部資金を獲得するなどの努力を続け、研究実績を積むことで登録機関としての位置付けを明確にし、人事の流動化などの組織の活性化を図り、ひいてはSPring-8の持続的な活力向上に繋がるよう、12条利用を含めたSPring-8全体としての仕組み作りが必要である。

なお、12条課題の実施にあたっては、ユーザー、設置者、登録機関における円滑かつ継続的な情報交換・議論を適正に進めた上で、その成果を公開すると共にユーザーに還元することが必要である。

3. おわりに

JASRIでは本評価報告書における指摘事項、提言等を踏まえ、以下の項目に取り組んでいきたいと考えています。

(1) 12条利用の基本的事項の共有

12条利用の成果をユーザーに還元することなどの基本的事項に対する認識をスタッフで共有していきます。

(2) 12条利用枠を活用した共同研究等の推進

12条利用枠を活用し、外部のユーザーとも協力しつつ更なる開発研究を進めていきます。

(3) 一般課題とインハウス課題との区分の明確化

本来インハウス課題として実施すべきテーマに関しては一般課題で申請することを避け、インハウス課題として実施します。ビームタイム配分に関し、インハウス課題枠を纏まって確保する場合も考えられますので、ユーザーの皆様のご理解をお願いします。

(4) 成果発信の推進

論文発表、学会、シンポジウム等での発表の他、SPring-8/SACLA成果集での発表を行ってまいりましたが、今後も積極的に行っていくとともに、利用者情報誌においても、利用系研究グループの活動とともに毎号紹介して参ります。

(5) 職員の研究環境及び実施体制の整備

ユーザーの方々の協力も賜りながら、若手スタッフの研究に対する支援を行うと共に、外部機関との交流等、スタッフの見識を深め、視野を広める機会の拡大に努めて参ります。

## 重点領域「産業新分野支援」評価報告書について

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

公益財団法人高輝度光科学研究センター（以下「JASRI」という。）では、従来 SPring-8 の利用が少なかった、或いは利用が無かった産業分野の新規利用を開拓することを目的として、2014A 期から 2017B 期までの 4 年間、SPring-8 共用ビームライン重点研究課題（領域指定型）において「産業新分野支援課題」を設定し、重点的に利用支援を実施いたしました。本重点研究課題を通じて、食品、金属加工、資源分野など、新しい産業分野の方々に SPring-8 を利用いただきました。

JASRI では、本重点研究課題の領域指定期間の終了を期に、本重点研究課題の実施結果についての評価を行う重点領域「産業新分野支援」評価委員会を設置し、2018 年 9 月 7 日に同委員会を開催いたしました。2018 年 12 月 10 日付にて同委員会より JASRI 理事長あてに評価報告書の提出がありましたので、同評価委員会事務局である JASRI 利用推進部より以下に紹介致します。

### 重点研究課題「産業新分野支援課題」 評価報告書

重点領域「産業新分野支援」評価委員会  
委員長 雨宮 慶幸

#### 1. はじめに

特定先端大型研究施設の共用の促進に関する法律（共用促進法）に基づく、登録施設利用促進機関である公益財団法人高輝度光科学研究センター（JASRI）は、2014 年度より新たな領域指定型重点研究課題として、それまで放射光利用が少なかった産業分野における SPring-8 利用拡大を目的とした産業新分野支援課題の募集を開始した。当初は 2 年間を実施期間として予定していたが、新規分野利用促進の効果が見え始

めていたことから、更に 2 年間延長し 2017 年度まで実施した。本委員会は、産業新分野支援課題の制度、JASRI による課題実施支援、達成度について評価を行い、今後の新規産業利用分野の拡大に向けた取り組みについて提言するものである。

#### 2. 利用制度に関する評価

放射光利用が少ない産業分野の利用拡大を行うにあたり、放射光利用可能性に関する十分な事前調査を行った上で、領域指定型重点課題の主な対象分野を食品、金属加工、資源開発、資源再生としたことは適切であったと判断する。中でも、生化学分野に比べて利用が少なかった食品分野の利用拡大には特に有効に機能したものと考えられる。

#### 3. 実施支援体制に関する評価

事前調査や課題実施状況に基づいて BL46XU に X 線同軸光学顕微鏡や BL19B2 に X 線 CT 用試料冷却装置を整備するなど、適切な機器整備が行われている。また、冷凍食品を対象とした X 線イメージング技術を開発して、JASRI 職員が自ら先行的に実施した 12 条課題の成果を食品分野の学会で発表や展示を行うなど、利用拡大を目指す分野での啓発活動が積極的に行われたことは高く評価できる。また、以前から実施されていたコーデイナーターやビームライン担当職員による課題申請書作成支援活動は、新規利用分野拡大においても有効に機能したと考えられる。

#### 4. 達成度に関する評価

2014A から 2017B までの実施期間において全 75 課題が実施され、例示されたすべての産業分野において 2013B 以前よりも実施課題数が大幅に増加した。特に、食品分野での実施課題数の増加が目覚ましく 2012 年度は 1 件、2013 年度は 0 件だった実施課題数は 2014 年度には 10 件を超えている。また、産業

界利用者のうち 60%以上が新規利用者であったことから、利用が少なかった産業分野での新規利用拡大の目標は概ね達成できたものと判断する。

実施期間の制約からか、従来からの産業技術上の課題が SPring-8 利用により完全に解決するには至らなかったが、今後の研究方向を判断するため有用な知見が数多く得られている。2018 年 9 月 5 日現在、産業新分野支援課題により得られた成果を報告した 16 編の論文が学術誌に掲載され、特許も 1 件出願されている。また、研究会での利用成果発表が奨励賞を受賞する例もあることから、産業新分野支援課題は新規分野の放射光利用拡大に有効だったばかりでなく、放射光利用実験を通じて対象分野における研究の深化・発展にも貢献できたものと評価できる。

#### 5. 今後の新規産業分野利用拡大についての提案

産業新分野支援課題が新規産業分野拡大に向けて有効に機能したことは前述のとおりであるが、その実施を通じて更なる取り組みが有効と思われる事項もあるため、将来、新規産業分野利用拡大の施策を検討する際の一助にできるよう、以下の通り提案する。

産業新分野支援課題により新規利用者開拓には成功したが、放射光実験により技術的課題がすべて解決できたわけではない。新分野での放射光利用の発展を目指すのであれば、課題内容に応じた継続的な放射光利用による新規利用者の定着を意識した取り組みも有効と考えられる。また、放射光実験の測定データを十分に活用するには測定や解析に関する知識と技術が必要になるため、大学等の研究機関に所属する専門家と産業界利用者の連携促進に向けた仕組みづくりや、新規利用者を対象にした放射光利用技術教育の実施なども検討に値する。

食品など具体的な分野を例示した課題募集は新規産業分野での利用拡大に非常に有効であったが、その一方で、鋳造や金型など例示はされなかったが放射光利用の可能性を期待できる分野が残されているように思う。今後も積極的に技術動向調査を行い、事業規模が小さい企業が担っている分野や地場産業も視野に入れて新規分野の利用拡大に向けた努力の継続を期待したい。また、食品など産業新分野支援課題によって新規利用が拡大した分野においても、放射光利用

は緒に就いたばかりで更なる利用拡大の可能性が期待できるため、これらの分野においても利用拡大に向けた重点的な取り組みを再度行うことを排除することは避け、学会や論文誌での成果発表等を継続的に行って放射光利用の認知度向上に努めていただきたい。

#### 6. おわりに

領域指定型重点研究課題「産業新分野支援課題」の実施を通じて、食品等の新たな産業分野で SPring-8 の利用を拡大することができた。今後も産業分野での利用拡大と成果の創出を目指し、利用技術や利用制度の最適化に向けて総合的、多面的な検討と実施を引き続き行うことを期待する。

#### 7. 重点領域「産業新分野支援」評価委員会について

##### (1) 委員 (50 音順、○：委員長)

- 雨宮 慶幸 国立大学法人東京大学 特任教授
- 安達 修二 学校法人京都学園京都学園大学教授
- 宮崎 司 一般財団法人総合科学研究機構  
中性子科学センター 次長
- 吉本 則之 国立大学法人岩手大学 教授

##### (2) 開催日時及び場所

平成 30 年 9 月 7 日 (金) 12 時 10 分より 14 時 10 分  
兵庫県民会館 9 階 会議室 902 号室

以上

## 2015A 期 採択長期利用課題の事後評価について - 3 -

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

2015A 期に採択された長期利用課題について、2017B 期に 3 年間の実施期間が終了したことを受け、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、SPring-8 利用研究課題審査委員会で評価結果を取りまとめますが、同一研究テーマの課題が 2018A 期からの長期利用課題として新たに申請されたため、その面接審査と同時に最終期 (2017B 期) 終了前に当該課題のヒアリングを第 62 回長期利用分科会 (2017 年 12 月 12 日および 15 日開催) において行いました。その後、当該課題の最終期 (2017B 期) が終了し、実験責任者より改めて提出された、全期間の研究結果をまとめた最終版の「長期利用課題終了報告書」およびヒアリングの結果を踏まえ、長期利用分科会による最終的な評価結果がとりまとめられました。

以下に評価を受けた課題の評価結果を示します。研究内容については本誌の「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、2015A 期に採択された長期利用課題 7 課題のうち 3 課題の評価結果は、「SPring-8/SACLA 利用者情報」Vol.23 No.3 (2018 年 8 月号) に、もう 1 課題の評価結果は、Vol.23 No.4 (2018 年 11 月号) に掲載済みです。また、残りの 2 課題の評価結果については次号以降に掲載する予定です。

課題名	革新的機能性ゼオライトの設計を目的とした生成メカニズムの時分割原子・ナノスケール解析
実験責任者(所属)	脇原 徹 (東京大学)
採択時課題番号	2015A0115
ビームライン	BL04B2
利用期間/配分総シフト	2015A~2017B/231 シフト

### [評価結果]

本長期利用課題は、石油化学触媒、吸着剤、自動車用排ガス処理、抗菌剤などに用いられるゼオライトの革新的機能創成を目指して、高エネルギー X 線全散乱法によりゼオライトの生成メカニズムを原子・ナノスケールで解明するものである。具体的には、ゼオライト合成原料の結晶化過程の理解、新規反応を実現するゼオライトや高触媒活性・高耐熱水蒸気性を併せ持つゼオライトの自在設計を可能にする基盤技術の確立を研究目的としている。ゼオライトが結晶化する前の前駆体はネットワーク構造を持つ非晶質であり、新規ゼオライトの合成を可能にするにはこの構造を明らかにする必要がある。本課題では、60 keV 以上の高エネルギー X 線を用いた二体分布関数 (PDF) 解析により、従来の手法 (NMR、EXAFS など) では 3 Å 程度までの構造情報しか得ることができないという欠点を克服し、長年の未解明部分であるナノスケールの非晶質前駆体ネットワーク構造の変化過程を明らかにするものである。

本課題の研究において、PDF 解析を多種類のゼオライトに適用し、合成上重要な知見を得ている。例えば、ゼオライト中の Al を酸やスチーミングで除去する過程を PDF 解析することにより、ゼオライト構造を壊すことなく、Si/Al 比を向上させる合成条件を決定している。また、d-PDF (differential PDF) 法を用いることで、シリカ構造中への Hf 導入を確認しながら、原料の状態からヘテロ金属の導入量を増加させることに成功している。そのほか、複数のヘテロ金属の同時導入、炭化モリブデンや ZnPt 合金クラスターのゼオライト細孔中での調整などに、効果的に PDF 解析を応用してきた。さらに、ゼオライトの超高速合成法を開発している。これらの研究をとおして 10 報以上の論文が発表されており、ゼオライトの製造技術の向上に貢献している。

以上のように、本長期利用課題は多くの成果を創出しており、所期の目標を達成しているものと判断できる。今後は、これらの多くの研究成果からゼオライト合成の学理が構築されることを期待する。

[成果リスト]  
(査読付き論文)

- [ 1 ] SPring-8 publication ID = 29615  
Z. Liu *et al.*: “A Top-Down Methodology for Ultrafast Tuning of Nanosized Zeolites” *Chemical Communications* **51** (2015) 12567-12570.
- [ 2 ] SPring-8 publication ID = 32342  
M. Kanezashi *et al.*: “Tailoring the Subnano Silica Structure via Fluorine Doping for Development of Highly Permeable CO<sub>2</sub> Separation Membranes” *ChemNanoMat* **2** (2016) 264-267.
- [ 3 ] SPring-8 publication ID = 32343  
H. Yamada *et al.*: “Downsizing AFX Zeolite Crystals to Nanoscale by a Postmilling Recrystallization Method” *Crystal Growth & Design* **16** (2016) 3389-3394.
- [ 4 ] SPring-8 publication ID = 32344  
T. Ikuno *et al.*: “Structure-Directing Behaviors of Tetraethylammonium Cations toward Zeolite Beta Revealed by the Evolution of Aluminosilicate Species Formed during the Crystallization Process” *Journal of the American Chemical Society* **137** (2015) 14533-14544.
- [ 5 ] SPring-8 publication ID = 34781  
Z. Liu *et al.*: “Continuous Flow Synthesis of ZSM-5 Zeolite on the Order of Seconds” *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* **113** (2016) 14267-14271.
- [ 6 ] SPring-8 publication ID = 34782  
J. Zhu *et al.*: “Ultrafast Synthesis of High-Silica Erionite Zeolites with Improved Hydrothermal Stability” *Chemical Communications* **53** (2017) 6796-6799.
- [ 7 ] SPring-8 publication ID = 34783  
C. Peng *et al.*: “Preparation of Nanosized SSZ-13 Zeolite with Enhanced Hydrothermal Stability by a

Two-Stage Synthetic Method” *Microporous and Mesoporous Materials* **255** (2018) 192-199.

[ 8 ] SPring-8 publication ID = 34784

M. Kanezashi *et al.*: “Preparation and Gas Permeation Properties of Fluorine-Silica Membranes with Controlled Amorphous Silica Structures: Effect of Fluorine Source and Calcination Temperature on Network Size” *ACS Applied Materials & Interfaces* **9** (2017) 24625-24633.

2016A 期 採択長期利用課題の事後評価について - 3 -

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

2016A 期に採択された長期利用課題について、2017B 期に 2 年間の実施期間が終了したことを受け、第 62 回 SPring-8 利用研究課題審査委員会長期利用分科会（2017 年 12 月 12 日および 15 日開催）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、SPring-8 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。以下に評価を受けた課題の評価結果を示します。研究内容については本誌の「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、2016A 期に採択された長期利用課題 4 課題のうち 3 課題の評価結果は、「SPring-8/SACLA 利用者情報」Vol.23 No.3 (2018 年 8 月号) および Vol.23 No.4 (2018 年 11 月号) に掲載済みです。

課題名	量子ビーム実験・理論計算とデータ科学の融合による非晶質物質の体系的な理解
実験責任者(所属)	小原 真司 (物質・材料研究機構)
採択時課題番号	2016A0130
ビームライン	BL01B1、BL04B2
利用期間/配分総シフト	2016A~2017B/114シフト (BL01B1: 36シフト、BL04B2: 78シフト)

【評価結果】

本課題の申請時には、液体を含む不規則系物質およびナノ粒子の構造の体系的な解析手法の提案と、その結果をデータベース化することによる体系的な理解が目標に掲げられ、さらにはデータ科学を援用することにより、新しい材料設計手法につなげることを目指すとされていた。これに対し、採択時の審査において、目標達成に向けた具体的な研究計画が明確でないことから、研究テーマを不規則系物質の構造的特徴の解明に絞ることが実施の条件として付された経緯がある。

本長期利用課題中には、(1) 熱膨張係数異常を示す ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ガラスの三次元構造の解明、(2) 永久高密度化シリカガラスのトポロジー解析などの研究が実施された。(1) では、X 線回折、EXAFS、中性子回折など複数の量子ビーム手法の組み合わせと、大規模なリバースモンテカルロ解析によって、熱膨張係数の異常の原因とみられるネットワーク構造の相違を可視化することに成功した。(2) では、高温高压合成によって、これまでに例のない高密度シリカガラスの合成に成功するとともに、パーシステントホモロジー解析という新手法を用いた構造解析手法を適用することによって、高密度化を可能にするガラス構造のトポロジーを決定することができた。

これらは、個々の不規則系の構造的特徴を解明し、物性の理解につながる知見を得たという点で、基礎的研究分野への貢献として優れた成果である。一部未発表の内容もあるが、それらが出版されれば、採択時に想定された研究課題を達成したものと評価できる。しかしながら、あくまで成果は個別的であり、申請時の目標とされた体系的な理解の構築やマテリアルインフォマティクスの展開には至っていない。金属ガラス、アモルファスシリコン、シリカガラス、液体の各構造因子を、散乱ベクトル Q の代わりに、最近接距離 d と乗じた Qd の関数として表示することにより、非晶質物質の構造を系統的に整理する手がかりを示しているものの、これを端緒にした今後の展開が見通せる段階とはいえない。採択時のコメントとして、利用期ごとのビームタイム申請では実験目的と実験内容の詳細が具体的に説明された申請書の提出が求められていたが、実際に提出された申請書においても、具体的な実験計画の記載が明確ではなかった。当初の目標達成に向かうためには、明確な研究戦略の構築が必要であろう。

[成果リスト]

(査読付き論文)

- [ 1 ] SPring-8 publication ID = 33822  
Y. Onodera *et al.*: “Formation of Metallic Cation-Oxygen Network for Anomalous Thermal Expansion Coefficients in Binary Phosphate Glass” *Nature Communications* **8** (2017) 15449.
- [ 2 ] SPring-8 publication ID = 34786  
R. Kumara *et al.*: “Hydrogen Storage and Stability Properties of Pd–Pt Solid-Solution Nanoparticles Revealed via Atomic and Electronic Structure” *Scientific Reports* **7** (2017) 14606.
- [ 3 ] SPring-8 publication ID = 34886  
A. Torimoto *et al.*: “Emission Properties of Ce-Doped Alkaline Earth Borate Glasses for Scintillator Applications” *Optical Materials* **73** (2017) 517-522.
- [ 4 ] SPring-8 publication ID = 35223  
H. Masai *et al.*: “X-ray-induced Scintillation Governed by Energy Transfer Process in Glasses” *Scientific Reports* **8** (2018) 623.
- [ 5 ] SPring-8 publication ID = 35225  
H. Masai *et al.*: “Validity of Valence Estimation of Dopants in Glasses using XANES Analysis” *Scientific Reports* **8** (2018) 415.
- [ 6 ] SPring-8 publication ID = 35226  
H. Masai *et al.*: “Luminescence of Ce<sup>3+</sup> in Aluminophosphate Glasses Prepared in Air” *Journal of Luminescence* **195** (2018) 413-419.
- [ 7 ] SPring-8 publication ID = 36641  
A. Tayal *et al.*: “Local Geometry and Electronic Properties of Nickel Nanoparticles Prepared via Thermal Decomposition of Ni-MOF-74” *Inorganic Chemistry* **57** (2018) 10072-10080.
- [ 8 ] SPring-8 publication ID = 37188  
A. Torimoto *et al.*: “Emission Properties of Cerium-Doped Barium Borate Glasses for Scintillator Applications” *Radiation Measurements* **106** (2017) 46-51.

## SPRing-8 運転・利用状況

国立研究開発法人理化学研究所  
放射光科学研究センター

### ◎平成 30 年 9～12 月の運転実績

SPRing-8 は 9 月 27 日から 11 月 9 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 12 日から 12 月 21 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 SR 六極電磁石電源 6 (チョッパーモジュール 5) の電流異常によるビームアボート等があったが、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 1.2%、第 6 サイクルは約 0.7%であった。

### 1. 装置運転関係

#### (1) 運転期間

第 5 サイクル (9/27 (木) ～11/9 (金))

第 6 サイクル (11/12 (月) ～12/21 (金))

#### (2) 運転時間の内訳

第 5 サイクル

運転時間総計 約 1,033 時間

①装置の調整およびマシンスタディ等 約 169 時間

②放射光利用運転時間 約 853 時間

③故障等による down time 約 10 時間

④フィリング変更時間 約 1 時間

総放射光利用運転時間 (ユーザータイム = ② + ③

+ ④) に対する down time の割合 (\*1) 約 1.2%

第 6 サイクル

運転時間総計 約 936 時間

①装置の調整およびマシンスタディ等 約 96 時間

②放射光利用運転時間 約 833 時間

③故障等による down time 約 6 時間

④フィリング変更時間 約 1 時間

総放射光利用運転時間 (ユーザータイム = ② + ③

+ ④) に対する down time の割合 (\*1) 約 0.7%

### (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 (F)

・ 1/14-filling + 12 bunches (F)

・ 203 bunches (A)

・ 11/29-filling + 1 bunch (H)

第 6 サイクル (セベラルバンチ運転)

・ 203 bunches (A)

・ 11/29-filling + 1 bunch (H)

・ 11 bunch train × 29 (C)

・ 11 bunch train × 29 (C)

・ 203 bunches (A)

・ 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

・ SR 六極電磁石電源 6 (チョッパーモジュール 5) 電流異常によるアボート

・ BL11XU 安全インターロックによるアボート

### 2. 利用関係 (JASRI 利用推進部 集計)

#### (1) 放射光利用実験期間

第 5 サイクル (10/2 (火) ～11/9 (金))

第 6 サイクル (11/13 (火) ～12/20 (木))

#### (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 19 本

理研ビームライン 12 本



第5サイクル（暫定値）

共同利用研究実験数	418 件
共同利用研究者数	1,913 名
専用施設利用研究実験数	267 件
専用施設利用研究者数	1,098 名

第6サイクル（暫定値）

共同利用研究実験数	432 件
共同利用研究者数	2,084 名
専用施設利用研究実験数	297 件
専用施設利用研究者数	1,269 名

◎今後の予定（冬期点検調整期間）

SPring-8 は 12 月 22 日から 1 月 14 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を行う予定である。

◎平成 31 年 1～3 月の運転予定

SPring-8 は 1 月 15 日から 2 月 14 日までセベラルバンチ運転で第 7 サイクルの運転を予定している。

2 月 15 日から 3 月 26 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を行う予定である。

第 7 サイクルの運転実績については次号にて掲載する。

(\*1) down time の割合に④フィリング変更時間は含まない。

# 論文発表の現状

公益財団法人高輝度光科学研究センター 利用推進部

年別査読有り論文発表等登録数 (2018年12月31日現在)

SPring-8

Beamline Name		Public Use Since	~2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	Total	
Public Beamlines	BL01B1	XAFS	1997.10	298	59	58	75	65	74	92	75	85	89	56	1026
		Technical Journal						1							1
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis	1997.10	108	13	19	12	18	36	42	36	42	36	25	387
	BL02B2	Powder Diffraction	1999.9	373	65	67	82	59	96	71	81	94	77	66	1131
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research	1997.10	132	21	21	22	16	20	19	16	16	15	12	310
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction	1999.9	140	26	28	23	28	28	33	37	43	28	30	444
		Technical Journal							1						1
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering	1997.10	104	12	12	20	19	15	13	19	15	16	13	258
	BL09XU	Nuclear Resonant Scattering	1997.10	92	9	9	13	13	15	15	18	16	17	24	241
	BL10XU	High Pressure Research	1997.10	236	24	35	32	28	21	30	29	29	28	18	510
	BL13XU	Surface and Interface Structure	2001.9	105	16	18	27	6	16	21	24	36	27	29	325
	BL14B2	Engineering Science Research II	2007.9	2	16	25	32	36	53	53	61	51	58	54	441
		Technical Journal						1	1	1					3
	BL19B2	Engineering Science Research I	2001.11	105	20	18	35	53	58	62	63	62	62	52	590
		Technical Journal						1	1	1	2			2	7
	BL20B2	Medical and Imaging I	1999.9	150	15	17	24	35	28	25	35	25	28	25	407
	BL20XU	Medical and Imaging II	2001.9	78	24	36	27	21	40	44	43	37	27	23	400
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid	1998.4	240	21	21	25	22	24	31	20	19	25	18	466
		Technical Journal						2							2
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry	1998.5	243	15	24	31	18	41	35	25	35	27	19	513
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction	1999.9	72	14	9	15	10	21	18	21	19	25	14	238
	BL35XU	High Resolution Inelastic Scattering	2001.9	61	5	9	12	8	14	13	16	15	15	13	181
	BL37XU	Trace Element Analysis	2002.11	62	12	22	23	13	32	28	35	28	28	19	302
		Technical Journal								1					1
	BL38B1	Structural Biology III	2000.10	228	53	48	48	60	59	48	65	60	36	24	729
	BL39XU	Magnetic Materials	1997.10	130	28	15	19	21	20	25	19	24	29	17	347
	BL40B2	Structural Biology II	1999.9	261	31	44	42	43	70	54	54	59	52	51	761
		Technical Journal							1		1				2
	BL40XU	High Flux	2000.4	65	13	11	13	18	37	21	31	41	29	27	306
	BL41XU	Structural Biology I	1997.10	446	78	66	66	53	65	55	60	67	52	36	1044
BL43IR	Infrared Materials Science	2000.4	53	10	6	8	11	8	11	17	15	23	10	172	
BL46XU	Engineering Science Research III	2000.11	66	14	20	22	15	37	28	52	49	40	26	369	
	Technical Journal										1	1		2	
BL47XU	HXPES・MCT	1997.10	173	27	27	31	17	36	36	30	29	33	27	466	
	Technical Journal											1		1	
Public Use at Other Beamlines	BL05XU	RIKEN Diagnosis Beamline I	2017.4											1	1
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I	1999.3	13											13
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II	1998.4	38	3	3	2	1		1					48
	BL15XU	WEBRAM	2002.9	29	2	1	1	1		1					35
	BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy	2005.9	5	2	1	7	6	11	12	5	2	3	6	60
	BL19LXU	RIKEN SR Physics	2002.9	5						1	1	2	5	6	20
	BL22XU	JAEA Actinide Science I	2004.9	5					1						6
	BL23SU	JAEA Actinide Science II	1998.6	42	2	2		2	3	2					53
	BL26B1	RIKEN Structural Genomics I	2009.4				3	8	2	9	5	14	15	17	73
	BL26B2	RIKEN Structural Genomics II	2009.4			1		5	3	5	7	10	8	9	48
		Technical Journal										1			1
	BL29XU	RIKEN Coherent X-ray Optics	2002.9	12	1					1				1	15
	BL32XU	RIKEN Targeted Proteins	2010.10				5	5	8	9	16	8	13	13	77
	BL44B2	RIKEN Materials Science	1998.5	14								6	3	1	24
BL45XU	RIKEN Structural Biology I	1997.10	65	11	8	9	6	7	9	13	20	10	5	163	
Subtotal				4251	662	701	806	740	999	973	1029	1073	979	787	13000

Beamline Name		Public Use Since	~2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	Total	
Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterials	2009.11			1	5	8	24	21	14	17	20	9	119
		Technical Journal						35	42	39	36	33	30		215
	BL07LSU	The University-of-Tokyo Outstation Beamline for Materials Science	2009.11			1	5	6	10	13	12	19	18	14	98
		Technical Journal									1				1
	BL08B2	Hyogo Prefecture BM	2005.9			1	1	3	7	9	5	5	9	1	41
		Technical Journal						7	1	18	7	4	4	1	42
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I		60	7	9	6	13	16	14	8	20	19	11	183
	BL12B2	NSRRC BM	2001.9	96	7	28	13	25	22	21	27	29	28	18	314
	BL12XU	NSRRC ID	2003.2	26	5	15	10	14	11	16	19	17	24	11	168
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II		77	16	18	16	11	10	15	19	17	23	19	241
	BL15XU	WEBRAM	2001.4	83	30	35	51	41	61	57	48	60	54	37	557
	BL16B2	Sunbeam BM	1999.9	31	6	8	6	4	3	6	4	10	8	5	91
		Technical Journal		2				18	15	14	8	15	21	12	105
	BL16XU	Sunbeam ID	1999.9	26	6	6	2	2	2	3	4	11	8	9	79
		Technical Journal						20	19	14	14	21	18	9	115
	BL22XU	JAEA Actinide Science I		38	8	15	10	10	14	19	15	14	15	24	182
	BL23SU	JAEA Actinide Science II		115	23	15	22	20	17	28	19	25	16	21	321
	BL24XU	Hyogo Prefecture ID	1998.10	118	8	5	6	7	8	5	4	5	5	6	177
		Technical Journal						11	3	10	3	1	4		32
	BL28XU	RISING II	2012.4						3	9	5	5	5	2	29
BL31LEP	Laser-Electron Photon II	2013.10							1		3	2		6	
BL32B2	Pharmaceutical Industry (2002.9 - 2012.3)		21	1	2	3				1				28	
BL33LEP	Laser-Electron Photon	2000.10	30	5	8	4	4	4	4	2	2	3	2	68	
BL33XU	Toyota	2009.5				3	5	2	8	4	10	16	6	54	
	Technical Journal					2	5	4	5	3	4	1		24	
BL36XU	Catalytic Reaction Dynamics for Fuel Cell	2013.1						1	7	6	7	12	10	43	
BL44XU	Macromolecular Assemblies	2000.2	144	30	21	49	59	59	50	64	52	57	29	614	
Subtotal			865	152	188	212	232	274	306	280	328	342	234	3413	

RIKEN Beamlines	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy		38	13	12	10	13	3	7	5	8	4		113
	BL19LXU	SR Physics		59	11	7	9	11	12	13	9	5	5	1	142
	BL26B1	Structural Genomics I		123	13	15	7	8	7	4	5	4	4	1	191
	BL26B2	Structural Genomics II		45	6	19	18	19	13	4	3	7	10	2	146
	BL29XU	Coherent X-ray Optics		131	9	16	8	16	15	9	10	14	8	8	244
	BL32XU	Targeted Proteins					2	9	8	8	7	13	4	2	53
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics							1		1	1			3
	BL44B2	Materials Science		182	10	9	12	11	14	13	17	15	7	3	293
	BL45XU	Structural Biology I		164	9	8	9	9	11	9	13	13	8	1	254
	Subtotal			742	71	86	75	96	84	67	70	80	50	18	1439

SACLA

Public Beamlines	Beamline Name		Public Use Since	~2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	Total
	BL1	SXFEL	2016.3												5
BL2/BL3	XFEL2/XFEL1	2012.3					1	13	28	37	46	39	29	193	

Hardware / Software R & D	379	32	39	37	56	67	12	33	43	52	30	780
---------------------------	-----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	-----

NET Sum Total	5311	806	885	959	928	1193	1093	1177	1256	1171	848	15627
Technical Journal	2			2	89	80	97	68	74	70	20	502

査読有り論文発表等：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、SPring-8/SACLA 利用研究成果集

Technical Journal：JASRI が認定した企業等の公開技術報告書

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 2018 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。

・SPring-8 または SACLA での成果を論文等にする場合は必ずビームライン名および課題番号の記述を入れて下さい。

成果発表出版形式別登録数 (2018年12月31日現在)

SPring-8

Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total	
Public Beamlines	BL01B1	XAFS	1997.10	1027	66	86	1179
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis	1997.10	387	14	31	432
	BL02B2	Powder Diffraction	1999.9	1131	40	83	1254
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research	1997.10	310	7	48	365
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction	1999.9	445	13	52	510
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering	1997.10	258	10	44	312
	BL09XU	Nuclear Resonant Scattering	1997.10	241	15	33	289
	BL10XU	High Pressure Research	1997.10	510	22	61	593
	BL13XU	Surface and Interface Structure	2001.9	325	18	35	378
	BL14B2	Engineering Science Research II	2007.9	444	10	33	487
	BL19B2	Engineering Science Research I	2001.11	597	45	89	731
	BL20B2	Medical and Imaging I	1999.9	407	88	87	582
	BL20XU	Medical and Imaging II	2001.9	400	104	121	625
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid	1998.4	468	15	60	543
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry	1998.5	513	21	35	569
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction	1999.9	238	16	22	276
	BL35XU	High Resolution Inelastic Scattering	2001.9	181	5	12	198
	BL37XU	Trace Element Analysis	2002.11	303	24	45	372
	BL38B1	Structural Biology III	2000.10	729	11	63	803
	BL39XU	Magnetic Materials	1997.10	347	17	78	442
	BL40B2	Structural Biology II	1999.9	763	13	113	889
	BL40XU	High Flux	2000.4	306	20	69	395
	BL41XU	Structural Biology I	1997.10	1044	4	97	1145
	BL43IR	Infrared Materials Science	2000.4	172	14	59	245
	BL46XU	Engineering Science Research III	2000.11	371	18	35	424
	BL47XU	HXPES・MCT	1997.10	467	93	122	682
Public Use at Other Beamlines	BL05XU	RIKEN Diagnosis Beamline I	2017.4	1			1
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I	1999.3	13	2	2	17
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II	1998.4	48	1	11	60
	BL15XU	WEBRAM	2002.9	35	19	7	61
	BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy	2005.9	60	1	29	90
	BL19LXU	RIKEN SR Physics	2002.9	20		3	23
	BL22XU	JAEA Actinide Science I	2004.9	6			6
	BL23SU	JAEA Actinide Science II	1998.6	53	4	15	72
	BL26B1	RIKEN Structural Genomics I	2009.4	73		7	80
	BL26B2	RIKEN Structural Genomics II	2009.4	49		9	58
	BL29XU	RIKEN Coherent X-ray Optics	2002.9	15		1	16
	BL32XU	RIKEN Targeted Proteins	2010.10	77		3	80
	BL44B2	RIKEN Materials Science	1998.5	24		3	27
	BL45XU	RIKEN Structural Biology I	1997.10	163	5	19	187
Subtotal			13021	755	1722	15498	

Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total	
Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterials	2009.11	334		13	347
	BL07LSU	The University-of-Tokyo Outstation Beamline for Materials Science	2009.11	99		9	108
	BL08B2	Hyogo Prefecture BM	2005.9	83			83
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I		183	8	36	227
	BL12B2	NSRRC BM	2001.9	314	1	2	317
	BL12XU	NSRRC ID	2003.2	168	7	4	179
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II		241	12	69	322
	BL15XU	WEBRAM	2001.4	557	11	45	613
	BL16B2	Sunbeam BM	1999.9	196	12	69	277
	BL16XU	Sunbeam ID	1999.9	194	8	54	256
	BL22XU	JAEA Actinide Science I		182	4	42	228
	BL23SU	JAEA Actinide Science II		321	44	107	472
	BL24XU	Hyogo Prefecture ID	1998.10	209	19	61	289
	BL28XU	RISING II	2012.4	29			29
	BL31LEP	Laser-Electron Photon II	2013.10	6			6
	BL32B2	Pharmaceutical Industry (2002.9 - 2012.3)		28		3	31
	BL33LEP	Laser-Electron Photon	2000.10	68	23	3	94
	BL33XU	Toyota	2009.5	78	5	26	109
	BL36XU	Catalytic Reaction Dynamics for Fuel Cell	2013.1	43		1	44
	BL44XU	Macromolecular Assemblies	2000.2	614		40	654
Subtotal			3947	154	584	4685	
RIKEN Beamlines	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy		113	4	13	130
	BL19LXU	SR Physics		142	8	27	177
	BL26B1	Structural Genomics I		191	2	19	212
	BL26B2	Structural Genomics II		146	1	13	160
	BL29XU	Coherent X-ray Optics		244	14	37	295
	BL32XU	Targeted Proteins		53		3	56
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics		3			3
	BL44B2	Materials Science		293	2	16	311
	BL45XU	Structural Biology I		254	5	45	304
	Subtotal			1439	36	173	1648

SACLA

Public Beamlines	Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total
	BL1	SXFEL	2016.3	5			5
	BL2/BL3	XFEL2/XFEL1	2012.3	193	4	14	211

Hardware / Software R & D	780	514	462	1756
---------------------------	-----	-----	-----	------

NET Sum Total	16129	1309	2277	19715
---------------	-------	------	------	-------

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、SPring-8/SACLA 利用研究成果集、公開技術報告書

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。

・SPring-8 または SACLA での成果を論文等にする場合は必ずビームライン名および課題番号の記述を入れて下さい。

## 最近 SPring-8 もしくは SACLA から発表された成果リスト

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

SPring-8 もしくは SACLA 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 30 年 10 月～12 月に登録されたものを以下に紹介します。論文の情報（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、実験責任者の方には、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 2018 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
Journal of the American Chemical Society	10	Applied Physics Letters	4
Scientific Reports	10	Japanese Journal of Applied Physics	4
光学 (Japanese Journal of Optics)	6	The Journal of Physical Chemistry C	4
Angewandte Chemie International Edition	5	Journal of the Physical Society of Japan	4
Physical Review B	5	Surface and Interface Analysis	4

他全 149 誌、計 240 報

(注意) グループ課題として設定されている課題群については、その論文がグループ課題の中の複数の課題の成果である場合でも、代表課題となっている課題番号のみ表示しています。グループ課題に複数のビームラインの課題が含まれる場合、代表課題が複数のビームラインで実施されたように表示されています。

課題の成果として登録された論文

Journal of the American Chemical Society

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
36880	Tomohiro Sugahara	140 (2018) 11206-11209	2018A1405	BL40XU	箕浦 真生	2,5-Digermaselenophenes: Germanium Analogues of Selenophenes
			2018A1167	BL40XU	笹森 貴裕	
			2017B1179	BL40XU	笹森 貴裕	
			2017A1647	BL40XU	鈴木 裕子	
			2017A1668	BL40XU	行本 万里子	
			2016B1705	BL40XU	鈴木 裕子	
2015B1074	BL40XU	笹森 貴裕				
37037	Yogesh Kumar Maruya	140 (2018) 6883-6892	2016B1591	BL14B2	西堀 麻衣子	Ground-State Copper(III) Stabilized by N-Confused/N-Linked Corroles: Synthesis, Characterization, and Redox Reactivity
37047	Nobuo Maita	140 (2018) 13546-13549	2015A6537	BL44XU	真板 宣夫	Crystal Structure Determination of Ubiquitin by Fusion to a Protein That Forms a Highly Porous Crystal Lattice
			2015B6537	BL44XU	真板 宣夫	
			2016A6637	BL44XU	真板 宣夫	
			2016B6637	BL44XU	真板 宣夫	
37054	Edward J. Reijerse	139 (2017) 4306-4309	2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	Direct Observation of an Iron-Bound Terminal Hydride in [FeFe]-Hydrogenase by Nuclear Resonance Vibrational Spectroscopy
			2016A1154	BL09XU	Wang Hongxin	
			2016B1347	BL09XU	Wang Hongxin	
			2017A0141	BL09XU	Cramer Stephen	
			理研	BL19LXU		
37058	Vladimir Pelmenschikov	139 (2017) 16894-16902	2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	Reaction Coordinate Leading to H <sub>2</sub> Production in [FeFe]-Hydrogenase Identified by Nuclear Resonance Vibrational Spectroscopy and Density Functional Theory
			2017A1115	BL19LXU	Wang Hongxin	
37098	Kohsuke Mori	140 (2018) 8902-8909	2017B1081	BL01B1	桑原 泰隆	Surface Engineering of a Supported PdAg Catalyst for Hydrogenation of CO <sub>2</sub> to Formic Acid: Elucidating the Active Pd Atoms in Alloy Nanoparticles
			2017B1084	BL01B1	森 浩亮	
37162	Kyle D. Sutherlin	140 (2018) 5544-5559	2017A0137	BL09XU	Solomon Edward	NRVS Studies of the Peroxide Shunt Intermediate in a Rieske Dioxygenase and Its Relation to the Native Fe <sup>II</sup> O <sub>2</sub> Reaction
			2013B0105	BL09XU	Solomon Edward	
37163	Kyle D. Sutherlin	140 (2018) 16495-16513	2017A0137	BL09XU	Solomon Edward	Nuclear Resonance Vibrational Spectroscopy Definition of O <sub>2</sub> Intermediates in an Extradiol Dioxygenase: Correlation to Crystallography and Reactivity
			2013B0105	BL09XU	Solomon Edward	
37177	Suguru Yoshida	140 (2018) 15690-15700	2017B1423	BL02B2	藤田 晃司	Hybrid Improper Ferroelectricity in (Sr,Ca) <sub>3</sub> Sn <sub>2</sub> O <sub>7</sub> and Beyond: Universal Relationship between Ferroelectric Transition Temperature and Tolerance Factor in n = 2 Ruddlesden-Popper Phases
			2018A1391	BL02B2	藤田 晃司	

Scientific Reports-1

36964	Hong-Hsiang Guan	8 (2018) 14935	2014B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	Structural Insights into the Electron/Proton Transfer Pathways in the Quinol:Fumarate Reductase from <i>Desulfovibrio gigas</i>
			2014B6965	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2015A6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2015A4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2015B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2015B4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2015B4010	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2016A6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016A6659	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016A4012	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2016B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016B4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2017A4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2017A6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2017B4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2017B6769	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2017B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	

Scientific Reports-2

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
36965	Li-Ying Chen	8 (2018) 287	2014B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	Domain Swapping and SMYD1 Interactions with the PWWP Domain of Human Hepatoma-Derived Growth Factor
			2014B6965	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2015B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2015B4004	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2015B4010	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2016A6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016A6659	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016A4012	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2016B6600	BL44XU	Chen Chun Jung	
			2016B4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
			2017A4000	BL12B2	Chen Chun Jung	
2017B6600	BL44XU	Chen Chun Jung				
2017A6600	BL44XU	Chen Chun Jung				
37107	Takahiro Moriyama	8 (2018) 14167	2013B1667	BL17SU	吉村 瑠子	Spin Torque Control of Antiferromagnetic Moments in NiO
			2014A1677	BL17SU	吉村 瑠子	
			2014B1774	BL17SU	吉村 瑠子	
			2015B1748	BL17SU	吉村 瑠子	
			2015B0901	BL17SU	千葉 大地	
2017B0921	BL17SU	壬生 攻				
37158	Go Kasuya	7 (2017) 45208	2015B2019	BL41XU	服部 素之	Structural Insights into the Nucleotide Base Specificity of P2X Receptors
			2013A1123	BL41XU	石谷 隆一郎	
37218	Asako Yamaguchi	6 (2016) 21833	2015A0114	BL02B1	高谷 光	Discovery of 12-mer Peptides that Bind to Wood Lignin
			2015A0114	BL40XU	高谷 光	
37222	Satoshi Matsuyama	8 (2018) 17440	2015B8013	BL3	山内 和人	Nanofocusing of X-ray Free-Electron Laser using Wavefront-Corrected Multilayer Focusing Mirrors
			2016A8010	BL3	山内 和人	
			2016B8017	BL3	山内 和人	
			2017A8033	BL3	山内 和人	
2018A8060	BL3	山内 和人				
37226	Hiroshi Sekiguchi	8 (2018) 17090	2012B1379	BL40XU	佐々木 裕次	Diffracted X-ray Blinking Tracks Single Protein Motions
			2013A1494	BL20XU	関口 博史	
			2014B1205	BL40XU	関口 博史	
			2014B1470	BL40XU	池崎 圭吾	
			2014B1954	BL40XU	関口 博史	
			2015B1200	BL40XU	関口 博史	
			2015A1229	BL40XU	関口 博史	
			2016B1901	BL40B2	関口 博史	
			2016B1130	BL40XU	関口 博史	
2017A1286	BL40XU	関口 博史				
37243	Yosuke Goto	8 (2018) 12852	2017B1283	BL02B2	後藤 陽介	Na <sub>1-x</sub> Sn <sub>2</sub> P <sub>2</sub> as a New Member of van der Waals-Type Layered Tin Pnictide Superconductors
37267	Anatoly Y. Faenov	8 (2018) 16407	2017A8062	BL3	尾崎 典雅	Advanced High Resolution X-ray Diagnostic for HEDP Experiments

Angewandte Chemie International Edition

36990	Masayuki Nihei	56 (2017) 591-594	2015A4131	BL12B2	Hsu I Jui	A Hydrogen-Bonded Cyanide-Bridged [Co <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ] Square Complex Exhibiting a Three-Step Spin Transition
37073	Cindy C. Pham	57 (2018) 10605-10609	2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	Terminal Hydride Species in [FeFe]-Hydrogenases Are Vibrationally Coupled to the Active Site Environment
			2017A0141	BL09XU	Cramer Stephen	
			2015B1134	BL09XU	Wang Hongxin	
			2016A1154	BL09XU	Wang Hongxin	
			2016B1347	BL09XU	Wang Hongxin	
			2017A1115	BL19LXU	Wang Hongxin	
2017B1331	BL19LXU	Wang Hongxin				
37074	Vladimir Pelmenschikov	57 (2018) 9367-9371	2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	High-Frequency Fe-H Vibrations in a Bridging Hydride Complex Characterized by NRVS and DFT
			2016A1154	BL09XU	Wang Hongxin	
			2016B1347	BL09XU	Wang Hongxin	
37200	Hiroki Miura	57 (2018) 6136-6140	2016B1224	BL01B1	三浦 大樹	Concerted Catalysis by Adjacent Palladium and Gold in Alloy Nanoparticles for the Versatile and Practical [2+2+2] Cycloaddition of Alkynes
37232	Hajime Yamamoto	57 (2018) 8170-8173	2017B1697	BL02B2	山本 孟	Colossal Negative Thermal Expansion in Electron-Doped PbVO <sub>3</sub> Perovskites



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
36976	Daichi Ichinose	113 (2018) 132905	2016B1717	BL13XU	一ノ瀬 大地	Domain Structure Transition from Two to Three Dimensions in Tensile Strained (100)/(001)-oriented Epitaxial Tetragonal PZT Film
			2014B4909	BL15XU	舟窪 浩	
			2017B4900	BL15XU	清水 荘雄	
			2018A4905	BL15XU	舟窪 浩	
37050	Tatsunori Shibuya	113 (2018) 171902	2017B8004	BL1	錦野 将元	Deep-Hole Drilling of Amorphous Silica Glass by Extreme Ultraviolet Femtosecond Pulses
			2018A8024	BL1	錦野 将元	
37175	Takao Shimizu	113 (2018) 212901	2015A4702	BL15XU	舟窪 浩	Ferroelectricity Mediated by Ferroelastic Domain Switching in HfO <sub>2</sub> -based Epitaxial Thin Films
			2015B4702	BL15XU	清水 荘雄	
			2016A4702	BL15XU	舟窪 浩	
			2017B4701	BL15XU	清水 荘雄	
37268	Toshitaka Oka	113 (2018) 243701	2010B3811	BL23SU	横谷 明德	Substituent Effect on the Yield of Unpaired Electrons in DNA Bases Studied by Electron Paramagnetic Resonance
			2011A3815	BL23SU	岡 壽崇	
			2011B3815	BL23SU	岡 壽崇	
			2012B3812	BL23SU	藤井 健太郎	
			2013A3812	BL23SU	藤井 健太郎	
			2013B3812	BL23SU	藤井 健太郎	
			2014A3812	BL23SU	藤井 健太郎	
			2014B3812	BL23SU	藤井 健太郎	
			2015A3812	BL23SU	藤井 健太郎	
2015B3812	BL23SU	藤井 健太郎				

Japanese Journal of Applied Physics

37035	Yasuhiro Yoneda	57 (2018) 11UB07	2017A1069	BL04B2	米田 安宏	Local Structure and Phase Transitions of KNbO <sub>3</sub>
			2017A3607	BL14B1	米田 安宏	
			2017B1118	BL04B2	米田 安宏	
			2018A3607	BL14B1	米田 安宏	
37146	Shunji Kishimoto	58 (2019) 016501	2015B3501	BL11XU	三井 隆也	Nuclear Bragg Reflection of <sup>57</sup> FeBO <sub>3</sub> in Radio-Frequency Magnetic Field Observed with Si-APD Linear Array Detector
37173	Chan Wook Kim	57 (2018) 118001	2017A1064	BL08W	Kim Chanwook	Magnetic Compton Scattering Study of Grain-Oriented Silicon Steels
37231	Wensheng Wang	58 (2019) 016503	2017B5110	BL16XU	淡路 直樹	Ferroelectric Random Access Memory with High Electric Properties and High Production Yield Realized by Employing an AlO <sub>x</sub> Underlying Layer of Pt Bottom Electrode for a La-doped Lead Zirconate Titanate Capacitor
			2018A5110	BL16XU	淡路 直樹	

The Journal of Physical Chemistry C

36887	Wataru Kurashige	122 (2018) 13669-13681	2017A1492	BL01B1	山添 誠司	Au <sub>25</sub> -Loaded BaLa <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> Water-Splitting Photocatalyst with Enhanced Activity and Durability Produced Using New Chromium Oxide Shell Formation Method
			2016B0908	BL01B1	若林 裕助	
			2016A1436	BL01B1	山添 誠司	
			2016B1493	BL01B1	山添 誠司	
36889	Tsubasa Omoda	122 (2018) 13199-13204	2018A1342	BL04B2	山添 誠司	An Au <sub>25</sub> (SR) <sub>18</sub> Cluster with a Face-Centered Cubic Core
			2016A1436	BL01B1	山添 誠司	
			2016B0908	BL01B1	若林 裕助	
37151	Akira Yoko	122 (2018) 24350-24358	2016A1634	BL01B1	横 哲	Impact of Surface Energy on the Formation of Composite Metal Oxide Nanoparticles
			2015B1705	BL02B2	横 哲	
37264	Ikuya Yamada	122 (2018) 27885-27892	2017B1077	BL02B2	山田 幾也	Systematic Study of Descriptors for Oxygen Evolution Reaction Catalysis in Perovskite Oxides
			2017B1900	BL14B2	山田 幾也	
			2018A1077	BL02B2	山田 幾也	

Physical Review B-1

36936	Shugo Ikeda	98 (2018) 100502(R)	2011A1951	BL09XU	小林 寿夫	New Antiferromagnetic Order with Pressure-Induced Superconductivity in EuFe <sub>2</sub> As <sub>2</sub>
			2010A1119	BL09XU	池田 修悟	
			2009B1442	BL09XU	池田 修悟	
			2009A1364	BL10XU	小林 寿夫	
37008	Takeshi Kawabe	96 (2017) 220412(R)	2014A0079	BL25SU	白土 優	Electric-Field-Induced Changes of Magnetic Moments and Magnetocrystalline Anisotropy in Ultrathin Cobalt Films
			2016B1016	BL25SU	鈴木 義茂	
			2017A1012	BL25SU	鈴木 義茂	
			2017A1201	BL25SU	三輪 真嗣	
37136	Ryuji Okazaki	98 (2018) 205131	2014B1116	BL43IR	岡崎 竜二	Spectroscopic Signature of Trimer Mott Insulator and Charge Disproportionation in BaIrO <sub>3</sub>
			2015A1189	BL43IR	寺崎 一郎	

### Physical Review B-2

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
37174	Yiu Wing Cheung	98 (2018) 161103(R)	2013B1095	BL35XU	Goh Swee	Evidence of a Structural Quantum Critical Point in $(\text{Ca}_x\text{Sr}_{1-x})_3\text{Rh}_4\text{Sn}_{13}$ from a Lattice Dynamics Study
			2015B1294	BL35XU	Goh Swee	
			2016A1160	BL35XU	Goh Swee	
			2017A1130	BL35XU	Goh Swee	
			2017B1228	BL35XU	Goh Swee	
2018A1399	BL35XU	Goh Swee				

### Surface and Interface Analysis

36937	Chie Tsukada	51 (2019) 85-88	2016A3801	BL23SU	吉越 章隆	Surface Chemical States of Gold Nanoparticles Prepared using the Solution-Plasma Method in a CsCl Aqueous Solution
			2016B3801	BL23SU	吉越 章隆	
37140	Jens Rüdiger Stellhorn	51 (2019) 70-73	2015A0116	BL13XU	林 好一	Application of X-ray Fluorescence Holography to the Analysis of the Interior and Surface of an Yttrium Oxide Thin Film
37186	Koji Kimura	51 (2019) 51-55	2015A0116	BL13XU	林 好一	Local Structural Analysis of In-Doped $\text{Bi}_2\text{Se}_3$ Topological Insulator using X-ray Fluorescence Holography
37263	Yoshiki Fujita	51 (2019) 74-78	2014B1454	BL25SU	松井 文彦	Mapping Nanometer and Micrometer-Scale Structures at Graphite Surface by Photoelectron Diffraction
			2015A0116	BL25SU	林 好一	

### ACS Catalysis

37068	Hajime Suzuki	7 (2017) 4336-4343	2014B1371	BL01B1	細川 三郎	Highly Dispersed $\text{RuO}_2$ Hydrates Prepared via Simple Adsorption as Efficient Cocatalysts for Visible-Light-Driven Z-Scheme Water Splitting with an $\text{IO}_3^-/\text{I}^-$ Redox Mediator
37095	Shinya Masuda	8 (2018) 2277-2285	2017B1084	BL01B1	森 浩亮	PdAg Nanoparticles Supported on Functionalized Mesoporous Carbon: Promotional Effect of Surface Amine Groups in Reversible Hydrogen Delivery/Storage Mediated by Formic Acid/ $\text{CO}_2$
			2017B1081	BL01B1	桑原 泰隆	
37217	Masafumi Hirano	8 (2018) 5827-5841	2015A0114	BL27SU	高谷 光	Mechanistic Insights on Pd/Cu-Catalyzed Dehydrogenative Coupling of Dimethyl Phthalate
			2015A0114	BL14B2	高谷 光	

### ACS Omega

36897	Satoshi Tominaka	3 (2018) 8874-8881	2017A1207	BL08W	富中 悟史	Lepidocrocite-Type Titanate Formation from Isostructural Prestructures under Hydrothermal Reactions: Observation by Synchrotron X-ray Total Scattering Analyses
			2016B1954	BL04B2	河口 沙織	
37135	Hideshi Yokoyama	3 (2018) 12284-12294	2014B1991	BL26B1	横山 英志	Structural and Thermodynamic Basis of the Enhanced Interaction between Kinesin Spindle Protein Eg5 and STLC-type Inhibitors
			2015A1059	BL41XU	横山 英志	
			2015A1059	BL26B1	横山 英志	
37216	Katsuhiro Isozaki	3 (2018) 7483-7493	2015A0114	BL02B1	高谷 光	Rebut Surface Plasmon Resonance Chips for Repetitive and Accurate Analysis of Lignin-Peptide Interactions
			2015A0114	BL40XU	高谷 光	

### Acta Crystallographica Section F

37084	Nobuo Okazaki	74 (2018) 741-746	2001A0546	BL41XU	黒木 良太	Crystal Structure of Glycosyltrehalose Synthase from <i>Sulfolobus shibatae</i> DSM5389
			2001B0255	BL41XU	黒木 良太	
37132	Atsushi Ichiyanagi	69 (2013) 130-133	2011B1487	BL38B1	中津 亨	Crystallization and Preliminary Crystallographic Analysis of Two Eukaryotic Fructosyl Peptide Oxidases
			2012A1509	BL38B1	中津 亨	
37241	Asako Yamaguchi	74 (2018) 774-780	2011A1880	BL41XU	多田 俊治	Structures of Endo-1,5- $\alpha$ -L-arabinanase Mutants from <i>Bacillus thermodenitrificans</i> TS-3 in Complex with Arabino-Oligosaccharides
			2011A2035	BL38B1	多田 俊治	
			2012B1031	BL38B1	多田 俊治	
			2013A1272	BL38B1	多田 俊治	
2015B2060	BL38B1	多田 俊治				

### Chemistry of Materials

37184	Masato Goto	30 (2018) 8702-8706	2017B1557	BL02B2	齊藤 高志	Unusual Ferromagnetic Metal: A-Site-Layer-Ordered Double Perovskite $\text{YBaCo}_2\text{O}_6$ with Unusually High Valence $\text{Co}^{3.5+}$
37228	Naohisa Okita	30 (2018) 6675-6683	2017A1516	BL01B1	直井 勝彦	Stabilizing the Structure of $\text{LiCoPO}_4$ Nanocrystals via Addition of $\text{Fe}^{3+}$ : Formation of $\text{Fe}^{3+}$ Surface Layer, Creation of Diffusion-Enhancing Vacancies, and Enabling High-Voltage Battery Operation
37233	Hajime Yamamoto	30 (2018) 6728-6736	2017B1697	BL02B2	山本 孟	$\text{Na}_{1/2}\text{Bi}_{1/2}\text{VO}_3$ and $\text{K}_{1/2}\text{Bi}_{1/2}\text{VO}_3$ : New Lead-Free Tetragonal Perovskites with Moderate $c/a$ Ratios

**e-Journal of Surface Science and Nanotechnology**

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
36960	Yoshimu Iwanami	16 (2018) 396-399	2017A1591	BL46XU	岩波 睦修	HAXPES Study on the Chemical States of Reaction Films Formed on Metal Surfaces by Zinc Dialkyl Dithiophosphate
			2017A1562	BL46XU	安野 聡	
37017	Yuki Koda	16 (2018) 36-40	2017A3231	BL24XU	住田 弘祐	Characterization by Synchrotron-Radiation X-Ray Photoelectron Spectroscopy of NO Adsorption on Rh
			2017B3231	BL24XU	住田 弘祐	
37103	Natee Sirisit	16 (2018) 387-390	2016A7903	BL36XU	朝倉 清高	Evidence for Multi-Atom Resonance X-ray Raman Spectroscopy — An <i>in situ</i> Low Z-element and Bond-specific X-ray Spectroscopy
			2016B7903	BL36XU	朝倉 清高	

**The Journal of Biological Chemistry**

37104	Masaki Kohno	293 (2018) 16874-16888	2014B2015	BL26B1	伏信 進矢	Structural Features of a Bacterial Cyclic $\alpha$ -maltosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-maltose (CMM) Hydrolase Critical for CMM Recognition and Hydrolysis
			2016B2714	BL26B1	伏信 進矢	
			2017A2540	BL26B1	伏信 進矢	
37105	Masayuki Sugiura	293 (2018) 17375-17386	2014B2015	BL26B1	伏信 進矢	Identification, Functional Characterization, and Crystal Structure Determination of Bacterial Levoglucosan Dehydrogenase
			2016B2714	BL26B1	伏信 進矢	
			2017A2540	BL26B1	伏信 進矢	
37236	Atsuhiko Shimada	293 (2018) 14868-14879	2013A6500	BL44XU	山下 栄樹	X-ray Structural Analyses of Azide-Bound Cytochrome <i>c</i> Oxidases Reveal that the H-Pathway is Critically Important for the Proton-Pumping Activity
			2013B6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2014A6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2014B6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2015A6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2015B6500	BL44XU	山下 栄樹	
			2016A6500	BL44XU	山下 栄樹	
2016B6500	BL44XU	山下 栄樹				

**Journal of Materials Chemistry A**

36963	Keiji Shimoda	5 (2017) 6695-6707	2015B1014	BL02B2	小久見 善八	Direct Observation of Layered-to-Spinel Phase Transformation in $\text{Li}_2\text{MnO}_3$ and the Spinel Structure Stabilised after the Activation Process
			2016A7601	BL28XU	小久見 善八	
37080	Hiroto Nishihara	6 (2018) 12523-12531	2015A1666	BL14B2	丸山 純	Enhanced Hydrogen Chemisorption and Spillover on Non-Metallic Nickel Subnanoclusters
37145	Lirong Song	6 (2018) 4079-4087	2015A0074	BL02B2	森吉 千佳子	Enhanced Thermoelectric Performance and High-Temperature Thermal Stability of P-type Ag-doped $\beta$ - $\text{Zn}_4\text{Sb}_3$
			理研	BL44B2		

**Journal of the Physical Society of Japan**

36992	Kotohiro Nomura	87 (2018) 061014	2017A1512	BL01B1	野村 琴広	Solution XAS Analysis for Exploring the Active Species in Homogeneous Vanadium Complex Catalysis
			2016B1509	BL01B1	野村 琴広	
			2016A1455	BL01B1	野村 琴広	
			2015B1308	BL01B1	山添 誠司	
37202	Yojiro Oba	87 (2018) 094004	2016B1790	BL19B2	佐々木 宏和	Imaging Measurement of Neutron Attenuation by Small-Angle Neutron Scattering Using Soler Collimator
37281	Satoshi Tsutsui	88 (2019) 023701	2016B1057	BL09XU	筒井 智嗣	Direct Observation of Sm Valence Fluctuation in a Heavy Fermion Compound $\text{SmOs}_4\text{Sb}_{12}$ via $^{149}\text{Sm}$ Synchrotron-Radiation-Based Mössbauer Spectroscopy
			2017B1275	BL09XU	筒井 智嗣	

**Nature Communications**

37083	Tomoaki Kumeda	9 (2018) 4378	2016A1287	BL13XU	中村 将志	Effect of Hydrophobic Cations on the Oxygen Reduction Reaction on Single-Crystal Platinum Electrodes
			2017B1293	BL13XU	中村 将志	
37089	Takero Miyagawa	9 (2018) 4635	2015A1062	BL38B1	小手石 泰康	Structural Basis of Gip1 for Cytosolic Sequestration of G Protein in Wide-Range Chemotaxis
			2017A2503	BL26B1	小手石 泰康	
			2017A2553	BL26B1	竹下 浩平	
37133	Fatin Hajaj	9 (2018) 4431	2014B1255	BL45XU	梶谷 孝	Rewriting the Phase Diagram of a Diamagnetic Liquid Crystal by a Magnetic Field
			理研	BL19LXU		
			理研	BL44B2		

**Physica Status Solidi B-1**

37010	Masakazu Kobayashi	(2018) Online published 18 Oct. 2018	2016B1243	BL47XU	小林 正和	Localized Photoluminescence Imaging of Bi-Layered Cuprous/Cupric Oxide Semiconductor Films by Synchrotron Radiation
			2017A1326	BL20XU	小林 正和	

### Physica Status Solidi B-2

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
37138	Shinya Hosokawa	255 (2018) 1800089	2011B4125	BL12B2	細川 伸也	Applications of a $L_1$ -Regularized Linear Regression to X-Ray Fluorescence Holography Data of Functional Materials
			2013B4125	BL12B2	細川 伸也	
			2013B1275	BL09XU	細川 伸也	
			2014A1065	BL09XU	細川 伸也	
			2014B1187	BL39XU	細川 伸也	
			2014B4125	BL12B2	細川 伸也	
			2015A4134	BL12B2	細川 伸也	
			2015B1183	BL39XU	細川 伸也	
			2015B4129	BL12B2	細川 伸也	
			2016A1136	BL39XU	細川 伸也	
37139	Jens Rüdiger Stellhorn	255 (2018) 1800093	2014B1187	BL39XU	細川 伸也	Local Structure of $\text{FeSe}_{0.4}\text{Te}_{0.6}$ by Low-Temperature X-Ray Fluorescence Holography
			2015B1183	BL39XU	細川 伸也	
			2016A1136	BL39XU	細川 伸也	

### Physical Review Materials

36928	Takashi Korishi	2 (2018) 105602	2016A1340	BL40B2	小西 隆士	Origin of SAXS Intensity in the Low- $q$ Region during the Early Stage of Polymer Crystallization from Both the Melt and Glassy State
			2017A1497	BL40B2	小西 隆士	
			2015B1192	BL40B2	深尾 浩次	
37038	David Billington	2 (2018) 104413	2014B1008	BL25SU	廣澤 哲	Unmasking the Interior Magnetic Domain Structure and Evolution in Nd-Fe-B Sintered Magnets through High-Field Magnetic Imaging of the Fractured Surface
			2015A1009	BL25SU	廣澤 哲	
			2015B1016	BL25SU	廣澤 哲	
			2016A1008	BL25SU	廣澤 哲	
			2016B1009	BL25SU	廣澤 哲	
37070	Yuki Wakabayashi	2 (2018) 104416	2016B3841	BL23SU	藤森 淳	Cation Distribution and Magnetic Properties in Ultrathin $(\text{Ni}_{1-x}\text{Co}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$ ( $x = 0-1$ ) Layers on Si(111) Studied by Soft X-ray Magnetic Circular Dichroism

### Acta Materialia

37122	Hang Su	159 (2018) 332-343	2016A1199	BL37XU	戸田 裕之	Influence of Hydrogen on Strain Localization and Fracture Behavior in Al-Zn-Mg-Cu Aluminum Alloys
			2016B1081	BL37XU	清水 一行	
37154	KaiKin Wong	155 (2018) 35-42	2015B1066	BL04B2	Chathoth Suresh	Universal Aging Characteristics of Macroscopically and Microscopically Dissimilar Metallic Glasses

### Advanced Energy Materials

37182	Ya Tang	8 (2018) 1801772	2015B1123	BL27SU	小林 洋治	Metal-Dependent Support Effects of Oxyhydride-Supported Ru, Fe, Co Catalysts for Ammonia Synthesis
37234	Kei Kubota	8 (2018) 1703415	2016B1876	BL19B2	駒場 慎一	Electrochemistry and Solid-State Chemistry of $\text{NaMeO}_2$ (Me = 3d Transition Metals)
			2016B1877	BL14B2	駒場 慎一	

### Applied Physics Express

36917	Yuki Wakabayashi	11 (2018) 112401	2016A3831	BL23SU	藤森 淳	Improved Adaptive Sampling Method Utilizing Gaussian Process Regression for Prediction of Spectral Peak Structures
37093	Wataru Yashiro	11 (2018) 122501	2015A1525	BL28B2	矢代 航	Millisecond-Order X-ray Phase Tomography with a Fringe-Scanning Method
			2017B1278	BL28B2	矢代 航	
			2015B1263	BL28B2	矢代 航	
			2016A1258	BL28B2	矢代 航	
			2016B1229	BL28B2	矢代 航	

### ChemCatChem

37099	Shinya Masuda	10 (2018) 3526-3531	2017A1057	BL01B1	森 浩亮	Simple Route for the Synthesis of Highly Active Bimetallic Nanoparticle Catalysts with Immiscible Ru and Ni Combination by Utilizing a $\text{TiO}_2$ Support
			2017B1084	BL01B1	森 浩亮	
37239	Shin Yanatake	10 (2018) 4172-4181	2017B1842	BL14B2	中路 洋輔	Selective C-C Hydrogenolysis of Alkylbenzenes to Methylbenzenes with Suppression of Ring Hydrogenation

### Chemistry - A European Journal

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
37094	Kazuki Nakatsuka	24 (2018) 898-905	2016A1057	BL01B1	桑原 泰隆	Controlled Pyrolysis of Ni-MOF-74 as a Promising Precursor for the Creation of Highly Active Ni Nanocatalysts in Size-Selective Hydrogenation
			2016A1095	BL01B1	森 浩亮	
			2016B1104	BL01B1	森 浩亮	
37276	David Chukwuma Izuogu	24 (2018) 9285-9294	2017A1872	BL01B1	伊奈 稔哲	Slow Magnetic Relaxation in a Palladium-Gadolinium Complex Induced by Electron Density Donation from the Palladium Ion

### Chemistry Letters

37018	Daichi Kato	46 (2017) 1083-1085	2016A1050	BL02B2	陰山 洋	Valence Band Engineering by a Layer Insertion to Sillén-Aurivillius Perovskite Oxyhalides
37219	Sho Nakajima	46 (2017) 711-714	2015A0114	BL27SU	高谷 光	Iron-Catalyzed Methylation of Arylboron Compounds with Iodomethane
			2015A0114	BL14B2	高谷 光	
			2015A0114	BL02B1	高谷 光	
			2015A0114	BL40XU	高谷 光	

### Hyperfine Interactions

36934	Ryo Masuda	237 (2016) 43	2011B3501	BL11XU	三井 隆也	Synchrotron Radiation Based Mössbauer Absorption Spectroscopy of Various Nuclides
			2012A3501	BL11XU	三井 隆也	
37114	Satoshi Tsutsui	239 (2018) 50	2015A2036	BL35XU	筒井 智嗣	Precise Determination of Hyperfine Interactions and Second-Order Doppler Shift in <sup>149</sup> Sm Mössbauer Transition
			2015B1947	BL09XU	筒井 智嗣	
			2016A1281	BL35XU	筒井 智嗣	
			2016B1057	BL09XU	筒井 智嗣	
			2017A1060	BL09XU	筒井 智嗣	
			2017B1275	BL09XU	筒井 智嗣	

### IUCrJ

37077	Manuel Maestre-Reyna	5 (2018) 608-618	2016A2507	BL41XU	別所 義隆	Twist and Turn: a Revised Structural View on the Unpaired Bubble of Class II CPD Photolyase in Complex with Damaged DNA
			2017A2576	BL32XU	別所 義隆	
37049	Felix Lehmkuehler	5 (2018) 801-807	2015B8015	BL2	Lehmkuehler Felix	Dynamics of Soft Nanoparticle Suspensions at Hard X-ray FEL Sources Below the Radiation-Damage Threshold

### Journal of Astronomical Telescopes, Instruments, and Systems

37155	Hideyuki Mori	4 (2018) 011210	2015B1392	BL20B2	粟木 久光	On-ground Calibration of the Hitomi Hard X-ray Telescopes
			2009A0088	BL20B2	國枝 秀世	
37156	Hironori Matsumoto	4 (2018) 011212	2015B1392	BL20B2	粟木 久光	Inorbit Performance of the Hard X-ray Telescope (HXT) on Board the Hitomi (ASTRO-H) Satellite
			2009A0088	BL20B2	國枝 秀世	

### The Journal of Physical Chemistry B

37003	Mitsuhiro Hirai	122 (2018) 9482-9489	2014A1062	BL40B2	平井 光博	Preferential Intercalation of Human Amyloid-β Peptide into Interbilayer Region of Lipid-Raft Membrane in Macromolecular Crowding Environment
			2015A1557	BL40B2	平井 光博	
37273	Mitsuhiro Hirai	122 (2018) 11962-11968	2017A1435	BL40B2	平井 光博	Restoration of Myoglobin Native Fold from Its Initial State of Amyloid Formation by Trehalose

### Journal of Power Sources

37116	Yasushi Idemoto	410-411 (2019) 38-44	2014A1278	BL02B2	井手本 康	Average, Electronic, and Local Structures of LiMn <sub>2-x</sub> Al <sub>x</sub> O <sub>4</sub> in Charge-Discharge Process by Neutron and Synchrotron X-ray
			2014B1457	BL02B2	井手本 康	
			2013B1120	BL02B2	井手本 康	
			2014B1932	BL14B2	井手本 康	
			2013A1631	BL14B2	井手本 康	
			2013B1549	BL14B2	井手本 康	
37245	Mozaffar Abdollahifar	412 (2019) 545-551	2017B4141	BL12B2	Wu Nae-Lih	Tetragonal LiMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub> as Dual-Functional Pseudocapacitor-Battery Electrode in Aqueous Li-Ion Electrolytes
			2018A4129	BL12B2	Wu Nae-Lih	
			2018B4125	BL12B2	Wu Nae-Lih	

### Journal of Synchrotron Radiation

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
37075	Koji Ohara	25 (2018) 1627-1633	2016A1841	BL04B2	尾原 幸治	Time-Resolved Pair Distribution Function Analysis of Disordered Materials on Beamlines BL04B2 and BL08W at SPring-8
			2017A1217	BL08W	尾原 幸治	
			2017A1855	BL04B2	尾原 幸治	
			2017B1847	BL08W	尾原 幸治	
37076	Amane Kobayashi	25 (2018) 1803-1818	2016B3201	BL24XU	高山 裕貴	Diffraction Apparatus and Procedure in Tomography X-ray Diffraction Imaging for Biological Cells at Cryogenic Temperature using Synchrotron X-ray Radiation
			理研	BL29XU		

### Langmuir

37142	Mina Sakuragi	34 (2018) 12635-12641	2017B1216	BL40B2	櫻木 美菜	Deep Eutectic Solvent-Induced Structural Transition of Microemulsions Explored with Small-Angle X-ray Scattering
37262	Kouki Tokumasu	32 (2016) 527-533	2015B1292	BL37XU	原田 誠	X-ray Fluorescence Imaging of Frozen Aqueous NaCl Solutions

### Microscopy

37090	Tomofumi Kurogane	67 (2018) i34	2015B1556	BL20B2	唐原 一郎	Observation of Arabidopsis Roots Using X-ray Micro Computed Tomography
			2014A1265	BL20XU	峰雪 芳宣	
			2014B1225	BL20B2	唐原 一郎	
			2016A1390	BL47XU	峰雪 芳宣	
37091	Kimitaka Sasaki	67 (2018) i34	2015B1556	BL20B2	唐原 一郎	Three-Dimensional Morphological Analysis of Supporting Tissues in the Dried Peduncle of Arabidopsis by X-ray Micro-CT
			2014A1265	BL20XU	峰雪 芳宣	
			2014B1225	BL20B2	唐原 一郎	
			2016A1390	BL47XU	峰雪 芳宣	
			2017B1225	BL20B2	山内 大輔	

### Microscopy and Microanalysis

37183	Yanlin Wu	24 (2018) 224-225	2016B1147	BL20XU	高野 秀和	X-Ray Phase Nano-tomography by FZP-based X-Ray Microscopy Combined with Talbot Interferometry
			2017A1288	BL37XU	高野 秀和	
			2017B1361	BL37XU	高野 秀和	
37191	Masato Hoshino	24 (2018) 130-131	2015B1508	BL20B2	築部 卓郎	Improvement of Scanning Procedure for 4D-X-ray Phase Tomography
			2016A1165	BL20B2	築部 卓郎	
			2016B1293	BL20B2	星野 真人	
			2017A1371	BL20B2	星野 真人	
			2017B1344	BL20B2	星野 真人	
			2017B1163	BL20B2	築部 卓郎	

### Organohalogen Compounds

37029	Kota Mukai	79 (2017) 114-117	2015B1256	BL01B1	藤森 崇	Quantification of Total Organohalogens (TOX) in Environmental Solid Samples by Using Combustion-Ion Chromatography
			2016B1207	BL01B1	藤森 崇	
37030	Asako Toda	78 (2016) 664-667	2015B1256	BL01B1	藤森 崇	Chlorine and Copper Analyses to the Effect of the Molecular Structure of Carbon on the Mechanism of Chlorination

### RSC Advances

36989	Wei-Kai Huang	7 (2017) 4912-4920	2015A4255	BL12XU	Hsu I Jui	Cross C-S Coupling Reaction Catalyzed by Copper(I) N-heterocyclic Carbene Complexes
37240	Noboru Osaka	8 (2018) 40570-40580	2017A1153	BL40B2	大坂 昇	Influence of Lithium Salt-Induced Phase Separation on Thermal Behaviors of Poly(vinylidene fluoride)/Ionic Liquid Gels and Pore/Void Formation by Competition with Crystallization

### Topics in Catalysis

36885	Shun Hayashi	61 (2018) 136-141	2016B0908	BL01B1	若林 裕助	Doping a Single Palladium Atom into Gold Superatoms Stabilized by PVP: Emergence of Hydrogenation Catalysis
			2017A1492	BL01B1	山添 誠司	
37106	Takuya Masuda	61 (2018) 2103-2113	2013B3601	BL14B1	増田 卓也	Various Spectroelectrochemical Cells for in situ Observation of Electrochemical Processes at Solid-Liquid Interfaces
			2013B4601	BL15XU	増田 卓也	
			2012B4605	BL15XU	増田 卓也	
			2012A4611	BL15XU	増田 卓也	
			2011B4609	BL15XU	増田 卓也	

### ACS Applied Materials & Interfaces

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
37223	Yugo Kubo	10 (2018) 44589-44602	2017A5030	BL16XU	久保 優吾	Fabrication of a Bilayer Structure of Cu and Polyimide to Realize Circuit Microminiaturization and High Interfacial Adhesion in Flexible Electronic Devices
			2017B1801	BL46XU	久保 優吾	
			2017B1928	BL46XU	久保 優吾	
			2017B5030	BL16XU	久保 優吾	
			2018A5030	BL16XU	久保 優吾	

### ACS Nano

37111	Shingo Maruyama	12 (2018) 10509-10517	2016A1672	BL46XU	鳥屋部 果穂	Ionic Conductivity in Ionic Liquid Nano Thin Films
			2015A1705	BL46XU	小金澤 智之	
			2015A1845	BL46XU	渡邊 光	
			2016B1784	BL46XU	鳥屋部 果穂	
			2017A0136	BL46XU	宮寺 哲彦	

### Acta Crystallographica Section A

37055	Yoshinori Ohmasa	74 (2018) 681-698	2008B1426	BL40B2	千葉 文野	Intensity Distribution Profile of Double Bragg Scattering in the Small-Angle Region from Highly Oriented Pyrolytic Graphite
			2009B1229	BL40B2	千葉 文野	

### Advanced Materials

37027	Tetsuya Asano	30 (2018) 1803075	2017A5120	BL16XU	山田 周吾	Solid Halide Electrolytes with High Lithium-Ion Conductivity for Application in 4 V Class Bulk-Type All-Solid-State Batteries
			2017B5120	BL16XU	山田 周吾	
			2018A5120	BL16XU	山田 周吾	

### Advanced Sustainable Systems

36876	Juyoung Kim	2 (2018) 1800067	2016A3621	BL14B1	金 允護	Electrical and Crystallographic Study of an Electrothermodynamic Cycle for a Waste Heat Recovery
			2017A3640	BL14B1	金 允護	
			2017B3612	BL14B1	福田 竜生	

### AIP Advances

36961	Haruhiro Hiraka	8 (2018) 101424	2011B3618	BL14B1	平賀 晴弘	Effects of Fe Doping on Anomalous Specific Heat and XAFS Oscillation in Antiferromagnetic Metal Mn <sub>3</sub> Si
			2012A3616	BL14B1	平賀 晴弘	
			2012B3624	BL14B1	平賀 晴弘	

### American Mineralogist

37203	Seiji Kamada	103 (2018) 1959-1965	2013A1496	BL10XU	大谷 栄治	Electronic Properties and Compressional Behavior of Fe-Si Alloys at High Pressure
			2013A3513	BL11XU	大谷 栄治	
			2013B0104	BL10XU	大谷 栄治	
			2013B3517	BL11XU	大谷 栄治	
			2014A1910	BL10XU	平尾 直久	
			2014A3516	BL11XU	大谷 栄治	
			2014B3519	BL11XU	大谷 栄治	

### Applied Catalysis B

36927	Luong Xuan Dien	241 (2019) 539-547	2016A1521	BL14B2	村山 美乃	Supported Gold Cluster Catalysts Prepared by Solid Grinding using a Non-Volatile Organogold Complex for Low-Temperature CO Oxidation and the Effect of Potassium on Gold Particle Size
-------	-----------------	-----------------------	-----------	--------	-------	--

### Applied Surface Science

37278	Shoji Yamajo	473 (2019) 627-632	2016A1219	BL47XU	重川 直輝	Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy Investigation of Annealing Effects on Buried Oxide in GaAs/Si Junctions by Surface-Activated Bonding
			2017A1005	BL47XU	重川 直輝	

### Biochemical and Biophysical Research Communications

37110	Yoshiki Tanaka	505 (2018) 141-145	2016A2532	BL32XU	塚崎 智也	2.8-Å Crystal Structure of <i>Escherichia coli</i> YidC Revealing All Core Regions, Including Flexible C2 Loop
			2017A2557	BL32XU	塚崎 智也	

### Biochimie

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
37176	Tetsuya Masuda	157 (2019) 57-63	2009A1096	BL38B1	梶田 哲哉	Subatomic Structure of Hyper-Sweet Thaumatin D21N Mutant Reveals the Importance of Flexible Conformations for Enhanced Sweetness
			2009B1379	BL26B1	梶田 哲哉	
			2011B1073	BL26B1	梶田 哲哉	
			2012A1048	BL26B1	梶田 哲哉	
			2012B1067	BL26B1	梶田 哲哉	
			2013A1053	BL26B1	梶田 哲哉	
			2013A1175	BL26B1	三上 文三	
			2013B1069	BL26B1	梶田 哲哉	
			2013B1223	BL26B1	三上 文三	
			2013B1373	BL26B1	三上 文三	
			2014A1063	BL26B1	梶田 哲哉	
			2014B1181	BL26B1	梶田 哲哉	
			2014B2020	BL26B2	梶田 哲哉	
			2015A1037	BL26B1	梶田 哲哉	
			2016A2548	BL26B1	梶田 哲哉	
2016A2552	BL38B1	梶田 哲哉				
2017A2511	BL26B1	梶田 哲哉				
2017A2526	BL38B1	梶田 哲哉				

### Bioconjugate Chemistry

37164	Noriko Miyamoto	28 (2017) 565-573	2015B1290	BL40B2	櫻井 和朗	Adjuvant Activity Enhanced by Cross-Linked CpG-Oligonucleotides in $\beta$ -Glucan Nanogel and Its Antitumor Effect
			2016A1242	BL40B2	櫻井 和朗	

### Biomaterialization

37161	Takenori Sasaki	(2018) 83-93	2015B1833	BL20B2	佐々木 猛智	3D Visualization of Calcified and Non-calcified Molluscan Tissues Using Computed Tomography
			2016A1706	BL20B2	佐々木 猛智	
			2017A1720	BL20B2	佐々木 猛智	
			2017B1767	BL20B2	佐々木 猛智	

### Carbohydrate Polymers

36980	Akane Kageyama	204 (2019) 104-110	2014A1816	BL19B2	湯口 宣明	Structural Characterization of Enzymatically Synthesized Glucan Dendrimers
			2015A1848	BL19B2	湯口 宣明	
			2016A1787	BL19B2	湯口 宣明	

### Carbon

37100	Hua-Shu Hsu	140 (2018) 10-16	2017A4135	BL12B2	Hsu Hua-Shu	Manipulation of the Magneto-Optical Properties of a Co/C Heterostructure under an Applied Voltage
			2017B4134	BL12B2	Hsu Hua-Shu	
			2018A4138	BL12B2	Hsu Hua-Shu	

### Cell Reports

37157	Go Kasuya	14 (2016) 932-944	2015B2019	BL41XU	服部 素之	Structural Insights into Divalent Cation Modulations of ATP-Gated P2X Receptor Channels
-------	-----------	----------------------	-----------	--------	-------	---

### ChemBioChem

37057	Bing O' Dowd	18 (2017) 914-920	2015B1134	BL09XU	Wang Hongxin	Spectroscopic and Computational Investigations of Ligand Binding to IspH: Discovery of Non-diphosphate Inhibitors
			2017A1115	BL19LXU	Wang Hongxin	
			2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	

### Chemical Communications

36888	Shingo Hasegawa	54 (2018) 5915-5918	2016B0908	BL01B1	若林 裕助	Prominent Hydrogenation Catalysis of a PVP-Stabilized Au <sub>34</sub> Superatom Provided by Doping a Single Rh Atom
			2016B0908	BL37XU	若林 裕助	

### Chemical Physics Letters

36877	Elahe K. Astani	672 (2017) 80-88	2015A4000	BL12B2	Chen Chun Jung	Molecular Interactions Investigated with DFT Calculations of QTAIM and NBO Analyses: An Application to Dimeric Structures of Rice $\alpha$ -amylase/subtilisin Inhibitor
			2015A4012	BL12B2	Chen Chun Jung	



### The Chemical Record

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
37204	Hirosuke Matsui	(2018) Online published 30 Oct. 2018	2011A1537	BL47XU	唯 美津木	<i>Operando</i> XAFS Imaging of Distribution of Pt Cathode Catalysts in PEFC MEA
			2011B1015	BL01B1	横山 利彦	
			2013B7822	BL36XU	唯 美津木	
			2014A7821	BL36XU	唯 美津木	
			2014B7821	BL36XU	唯 美津木	
			2015A7821	BL36XU	唯 美津木	
			2015B7821	BL36XU	唯 美津木	
			2016A7821	BL36XU	松井 公佑	
			2016A7822	BL36XU	松井 公佑	
			2016B7821	BL36XU	唯 美津木	
			2016B7822	BL36XU	唯 美津木	
2017A7820	BL36XU	唯 美津木				
2017B7820	BL36XU	唯 美津木				

### Chemical Science

37244	Yusuke Ide	9 (2018) 8637-8643	2016B3782	BL22XU	富中 悟史	Zeolitic Intralayer Microchannels of Magadite, a Natural Layered Silicate, to Boost Green Organic Synthesis
			2017A3751	BL22XU	町田 晃彦	
			2017A1207	BL08W	富中 悟史	

### Chemistry - An Asian Journal

37097	Kohsuke Mori	13 (2018) 1348-1356	2017A1057	BL01B1	森 浩亮	Ruthenium(II)-Bipyridine/NanoC <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Hybrids: Tunable Photochemical Properties by Using Exchangeable Alkali Metal Cations
			2017B1084	BL01B1	森 浩亮	

### ChemSusChem

37190	Donglin Han	11 (2018) 4102-4113	2017A1797	BL05XU	平岩 千尋	Detrimental Effect of Sintering Additives on Conducting Ceramics: Yttrium-Doped Barium Zirconate
			2015A5330	BL16B2	上村 重明	

### Communications Biology

36890	Menega Ganasen	1 (2018) 120	2015A1120	BL32XU	杉本 宏	Structural Basis for Promotion of Duodenal Iron Absorption by Enteric Ferric Reductase with Ascorbate
			2016A2571	BL32XU	杉本 宏	
			2017A2575	BL32XU	杉本 宏	
			2018A2576	BL32XU	杉本 宏	

### Crystal Growth & Design

37060	Takeo Ohsawa	18 (2018) 5824-5831	2015B4604	BL15XU	大澤 健男	Electronic Transport Properties Governed by Polarity Control through Tailoring of ZnO Bilayer Structures
			2016A4603	BL15XU	大澤 健男	
			2014B4604	BL15XU	大澤 健男	

### Dalton Transactions

36938	Tomohiro Sugahara	47 (2018) 13318-13322	2016B1716	BL02B1	菅原 知紘	The Selective Formation of a 1,2-disilabenzene from the Reaction of a Disilyne with Phenylacetylene
-------	-------------------	--------------------------	-----------	--------	-------	---

### EBioMedicine

37112	Yumi Takiyama	36 (2018) 329-346	2012B1772	BL20XU	滝山 由美	Impacts of Diabetes and an SGLT2 Inhibitor on the Glomerular Number and Volume in <i>db/db</i> Mice, as Estimated by Synchrotron Radiation Micro-CT at SPring-8
			2013A1655	BL20B2	滝山 由美	
			2013B1739	BL20B2	滝山 由美	
			2015A1878	BL20B2	滝山 由美	

### ECS Transactions

37053	Koji Usuda	86 (2018) 411-418	2016A5060	BL16XU	白田 宏治	High-Sn Concentration MOCVD-Grown Strained GeSn Thin Films Evaluated Using HAXPES and XRD Base on Synchrotron Technique
			2016B5060	BL16XU	白田 宏治	
			2017A5060	BL16XU	白田 宏治	
			2017B5060	BL16XU	吉木 昌彦	

### Electrochemistry

36996	Masahiko Saito	85 (2017) 266-271	2016A1768	BL46XU	尾坂 格	Synthesis and Characterization of an Alkoxythiazole-thiazolothiazole Semiconducting Polymer for Organic Solar Cells
-------	----------------	----------------------	-----------	--------	------	---

### European Journal of Organic Chemistry

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
37199	Hiroki Miura	2018 (2018) 1858-1862	2016B1224	BL01B1	三浦 大樹	Hydrosilylation of Allenes Over Palladium-Gold Alloy Catalysts: Enhancing Activity and Switching Selectivity by the Incorporation of Palladium into Gold Nanoparticles

### Frontiers in Earth Science

37086	Kenji Ohta	6 (2018) 176	2014A0080	BL10XU	廣瀬 敬	An Experimental Examination of Thermal Conductivity
			2017A0072	BL10XU	廣瀬 敬	Anisotropy in <i>hcp</i> Iron

### IEICE Transactions on Electronics

36995	Yusuke Kato	E100-C (2017) 468-474	2014A0109	BL47XU	宮崎 誠一	Embedding of Ti Nanodots into SiO <sub>x</sub> and Its Impact on Resistance Switching Behaviors
-------	-------------	--------------------------	-----------	--------	-------	---

### Inorganic Chemistry

37071	Michaela R. Carlson	57 (2018) 1988-2001	2015B1134	BL09XU	Wang Hongxin	Sterically Stabilized Terminal Hydride of a Diiron Dithiolate
			2016B1347	BL09XU	Wang Hongxin	
			2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	
			2016A1154	BL09XU	Wang Hongxin	
			2017A1115	BL19LXU	Wang Hongxin	

### Inorganics

36879	Takahiro Sasamori	6 (2018) 68	2018A1405	BL40XU	箕浦 真生	Synthesis of Ferrocenyl-Substituted Organochalcogenyldichlorogermanes
			2018A1167	BL40XU	笹森 貴裕	
			2017B1179	BL40XU	笹森 貴裕	
			2017A1647	BL40XU	鈴木 裕子	

### Intermetallics

36892	Xi Li	102 (2018) 120-131	2013B1157	BL04B1	Liss Klaus Dieter	Lattice Parameter Evolution during Heating of Ti-45Al-7.5Nb-0.25/0.5C Alloys under Atmospheric and High Pressures
-------	-------	-----------------------	-----------	--------	-------------------	---

### International Journal of Pharmaceutics

37165	Tomonobu Uchino	555 (2019) 259-269	2014B1431	BL40B2	内野 智信	Study on the Drug Permeation Mechanism from Flurbiprofen-Loaded Glyceryl Monooleyl Ether-Based Lyotropic Liquid Crystalline Nanoparticles across the Skin: Synchrotron X-ray Diffraction and Confocal Laser Scanning Microscopy Study
			2015A1650	BL40B2	内野 智信	
			2015B1197	BL40B2	内野 智信	
			2016A1215	BL40B2	内野 智信	

### Journal of Applied Crystallography

37141	Jens Rüdiger Stellhorn	50 (2017) 1583-1589	2015A0116	BL13XU	林 好一	A Valence-Selective X-ray Fluorescence Holography Study of an Yttrium Oxide Thin Film
-------	------------------------	------------------------	-----------	--------	------	---

### The Journal of Biochemistry

37004	Jung-Wei Chang	164 (2018) 329-339	2015A1102	BL41XU	深井 周也	Crystal Structure of the Central and the C-Terminal RNase Domains of Colicin D Implicated its Translocation Pathway through Inner Membrane of Target Cell
-------	----------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

### Journal of Catalysis

37229	Wan-Ting Chen	367 (2018) 27-42	2014B1065	BL01B1	Waterhouse Geoffrey	Performance Comparison of Ni/TiO <sub>2</sub> and Au/TiO <sub>2</sub> Photocatalysts for H <sub>2</sub> Production in Different Alcohol-Water Mixtures
-------	---------------	---------------------	-----------	--------	---------------------	--

### Journal of Geophysical Research

37011	Konstantin D. Litasov	122 (2017) 3574-3584	2012B1289	BL04B1	Litasov Konstantin	Equations of State of Iron Nitrides $\epsilon$ -Fe <sub>3</sub> N <sub>x</sub> and $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N <sub>y</sub> to 30 GPa and 1200 K and Implication for Nitrogen in the Earth's Core
			2011B1091	BL04B1	Litasov Konstantin	
			2010B1211	BL04B1	Litasov Konstantin	

### Journal of Hazardous Materials

36981	Haruko Hase	329 (2017) 49-56	2014A3613	BL14B1	矢板 毅	A Novel Method for Remediation of Nickel Containing Wastewater at Neutral Conditions
-------	-------------	---------------------	-----------	--------	------	--

**Journal of Instrumentation**

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
36926	Kazushi Sumitani	13 (2018) C09002	2016B1972	BL13XU	隅谷 和嗣	Development of Compound Refractive Lenses Made of Quartz Glass Designed for Microdiffraction System at BL13XU in SPring-8
			2017A1859	BL13XU	隅谷 和嗣	
			2017B1961	BL13XU	隅谷 和嗣	

**Journal of Material Sciences**

37016	Junji Yamamoto	54 (2019) 139-148	2017B1175	BL04B1	芳野 極	Thermal Expansion of Natural Mantle Spinel using in situ Synchrotron X-ray Powder Diffraction
-------	----------------	----------------------	-----------	--------	------	---

**Journal of Materials Chemistry C**

37032	Shujun Ye	6 (2018) 2962-2969	2016A1404	BL25SU	佐橋 政司	Inserted Metals for Low-Energy Magnetoelectric Switching in a Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Ferromagnet Interfacial Exchange-Biased Thin Film System
-------	-----------	-----------------------	-----------	--------	-------	--

**Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**

37096	Miriam Navlani-Garcia	358 (2018) 327-333	2017A1057	BL01B1	森 浩亮	Visible-Light-Enhanced Catalytic Activity of Ru Nanoparticles over Carbon Modified g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
			2017B1084	BL01B1	森 浩亮	

**The Journal of Physical Chemistry A**

37211	Fumiko Kimura	122 (2018) 9123-9127	2017B4001	BL12B2	木村 恒久	Determination of the Anisotropic Rotational Diffusion Constant of Microcrystals Dispersed in Liquid Medium
-------	---------------	-------------------------	-----------	--------	-------	--

**Journal of Physics: Condensed Matter**

36993	Masanori Inui	30 (2018) 455101	2014B1192	BL04B2	末國 晃一郎	Static and Dynamic Structures of Liquid Ba <sub>8</sub> Ga <sub>16</sub> Sn <sub>30</sub> : a Melt of the Thermoelectric Clathrate Compounds
			2015A1192	BL35XU	乾 雅祝	
			2016B1116	BL04B2	乾 雅祝	
			2016B1117	BL35XU	乾 雅祝	
			2017B1206	BL35XU	乾 雅祝	
			2017B1205	BL04B2	乾 雅祝	

**Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry**

37282	Yuuya Nagata	57 (2019) 260-263	2015A1179	BL40B2	寺尾 憲	A Bidirectional Screw-Sense Induction of Poly(quinoxaline-2,3-diy)s that Depends on the Degree of Polymerization
-------	--------------	----------------------	-----------	--------	------	--

**Journal of the American Ceramic Society**

37235	Kenji Shinozaki	(2018) Online published 22 Oct. 2018	2017B1008	BL14B2	篠崎 健二	Effect of Mg <sup>2+</sup> and Fluorine on the Network and Highly Efficient Photoluminescence of Eu <sup>3+</sup> Ion in MgF <sub>2</sub> -BaO-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Glasses
-------	-----------------	--------------------------------------	-----------	--------	-------	--

**Journal of the Ceramic Society of Japan**

37117	Kotaro Fujii	126 (2018) 852-859	2015B1901	BL19B2	藤井 孝太郎	Discovery and Development of BaNdInO <sub>4</sub> — A Brief Review —
			2012B1696	BL19B2	尾本 和樹	
			2013B1718	BL19B2	伊藤 孝憲	
			2014A1510	BL19B2	伊藤 孝憲	
			2014B1660	BL19B2	藤井 孝太郎	
			2014B1922	BL19B2	藤井 孝太郎	
			2015B1596	BL19B2	藤井 孝太郎	
			2015A1674	BL19B2	藤井 孝太郎	
			2016A1616	BL02B2	日比野 圭佑	

**Journal of the Japan Petroleum Institute**

36991	Kotohiro Nomura	61 (2018) 282-287	2017A1315	BL25SU	平野 雅文	Solution XAS Analysis of Various (Imido)vanadium(V) Dichloride Complexes Containing Monodentate Anionic Ancillary Donor Ligands: Effect of Aluminium Cocatalyst in Ethylene/Norbomene (Co)polymerization
			2016B1509	BL01B1	野村 琴広	
			2016A1455	BL01B1	野村 琴広	

### Key Engineering Materials

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
37160	Kosuke Suzuki	790 (2018) 15-19	2015B1171	BL08W	鈴木 宏輔	Modification of Electronic Structures with Lithium Intercalation in $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ ( $x = 0$ and $1$ ) Studied by CRYSTAL14 Calculation Code
			2012B1470	BL08W	鈴木 宏輔	
			2014B1335	BL08W	鈴木 宏輔	

### Lab on a Chip

37087	Kazuma Mawatari	18 (2018) 1259-1264	2015B1097	BL04B2	馬渡 和真	Nano X-ray Diffractometry Device for Nanofluidics
			2016A1240	BL04B2	馬渡 和真	
			2016B1087	BL04B2	馬渡 和真	

### Lichenology

37039	Emi Kawasaki	16 (2017) 136	2015B1827	BL43IR	河崎 衣美	Analysis for Component Distribution of Lichens on Stone Cultural Heritage by Microscopic Infrared Spectroscopy: Case of Angkor Monuments in Cambodia
			2016B1816	BL43IR	河崎 衣美	

### Light: Science & Applications

37125	Yan-Min Yang	7 (2018) 88	2017B1309	BL02B2	Sun Hong-Tao	X-ray-activated Long Persistent Phosphors Featuring Strong UVC Afterglow Emissions
-------	--------------	----------------	-----------	--------	--------------	--

### Macromolecular Rapid Communications

37237	Tomoki Nishimura	39 (2018) 1800384	2017B1089	BL40B2	西村 智貴	Synthesis and Characterization of Shell-Cross-Linked Glycopolymer Bilayer Vesicles
			2017A1241	BL40B2	西村 智貴	

### Materialia

37118	Takumi Nishioka	3 (2018) 256-259	2015A0116	BL39XU	林 好一	In-Plane Positional Correlations among Dopants in 10H Type Long Period Stacking Ordered $\text{Mg}_{75}\text{Zn}_{10}\text{Y}_{15}$ Alloy Studied by X-ray Fluorescence Holography
			2014B1296	BL13XU	林 好一	
			2014B1289	BL39XU	林 好一	
			2014A1172	BL39XU	林 好一	

### Materials Chemistry Frontiers

37180	Shigesaburo Ogawa	2 (2018) 2191-2200	2015A7204	BL03XU	高橋 功	Self-Organisation and Characterisation of Hierarchical Structures in Trimethyl $\beta$ -Cyclodextrin Nano-Films
			2015B7254	BL03XU	高橋 功	

### Materials Research Express

37137	Xiaofan Yang	6 (2019) 016003	2017B4133	BL12B2	久保園 芳博	Preparation and Characterization of a New Metal-Intercalated Graphite Superconductor
			2018A4132	BL12B2	久保園 芳博	

### Materials Science and Engineering A

37120	Meysam Hassanipour	738 (2018) 229-237	2015A0076	BL20XU	戸田 裕之	Short Crack Growth Behavior and its Transitional Interaction with 3D Microstructure in Ti-6Al-4V
-------	--------------------	-----------------------	-----------	--------	-------	--

### Materials Science Forum

37277	Shigeru Kimura	941 (2018) 1123-1126	2017B1207	BL40XU	木村 滋	Measurement of Thermal Expansion Coefficient of MgZnY Alloys with Synchronized Long-Period Stacking Ordered Phase
-------	----------------	-------------------------	-----------	--------	------	---

### Materials Transactions

37123	Hongye Gao	59 (2018) 1532-1535	2016A1199	BL37XU	戸田 裕之	Evolution Behavior of Hydrogen-Induced Nano Voids in Al-Zn-Mg-Cu Aluminum Alloys under Loading
			2016B1081	BL37XU	清水 一行	

### Matter and Radiation at Extremes

37266	Tatiana Pikuz	3 (2018) 197-206	2014A8045	BL3	尾崎 典雅	Development of New Diagnostics Based on LiF Detector for Pump-Probe Experiments
			2014B8068	BL3	尾崎 典雅	

### Metallurgical and Materials Transactions A

37121	Md. Shahnewaz Bhuiyan	49 (2018) 5368-5381	2013B1324	BL20XU	戸田 裕之	The Role of Hydrogen on the Local Fracture Toughness Properties of 7XXX Aluminum Alloys
			2014A1018	BL20XU	戸田 裕之	
			2014B1157	BL20XU	戸田 裕之	

### Meteoritics and Planetary 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
37205	Katherine H. Joy	50 (2015) 1157-1172	2014B0113	BL37XU	Zolensky Michael	Identification of Magnetite in Lunar Regolith Breccia 60016: Evidence for Oxidized Conditions at the Lunar Surface

### Methods in Enzymology

37072	Leland B. Gee	599 (2018) 409-425	2013B0103	BL09XU	Cramer Stephen	NRVS for Fe in Biology: Experiment and Basic Interpretation
			2017A0141	BL09XU	Cramer Stephen	
			2017A1115	BL19LXU	Wang Hongxin	

### Nanomaterials

37179	Hiroyuki Kishi	8 (2018) 965	2014B1881	BL14B2	岸 浩史	Structure of Active Sites of Fe-N-C Nano-Catalysts for Alkaline Exchange Membrane Fuel Cells
			2015A1953	BL14B2	岸 浩史	
			2015B1889	BL14B2	岸 浩史	
			2014B1886	BL46XU	岸 浩史	

### Nanotechnology

37081	Richard Hönig	30 (2019) 025702	2017B1314	BL17SU	Westphal Carsten	Structural, Chemical, and Magnetic Properties of Cobalt Intercalated Graphene on Silicon Carbide
-------	---------------	---------------------	-----------	--------	---------------------	--

### Nature Materials

37143	Hidetaka Kasai	17 (2018) 249-252	2014A0078	BL02B1	Iversen Bo	X-ray Electron Density Investigation of Chemical Bonding in van der Waals Materials
-------	----------------	----------------------	-----------	--------	------------	---

### Nucleic Acids Research

36886	Gaoge Xu	46 (2018) 9276-9288	2015A4004	BL12B2	Chou Shan-Ho	Signaling Specificity in the c-di-GMP-Dependent Network Regulating Antibiotic Synthesis in <i>Lysobacter</i>
-------	----------	------------------------	-----------	--------	-----------------	--

### Optics Express

36902	Masanori Miyagi	26 (2018) 22626-22636	2014A3782	BL22XU	川人 洋介	X-ray Phase Contrast Observation of Solidification and Hot Crack Propagation in Laser Spot Welding of Aluminum Alloy
			2014B3781	BL22XU	川人 洋介	

### Physica C

37275	Shang Li	555 (2018) 45-53	2014A3621	BL14B1	池内 和彦	Local Structure Study of the Iron-based Systems of BaFe <sub>2</sub> As <sub>2</sub> and LiFeAs by X-ray PDF and XAFS Analyses
			2015A3621	BL14B1	池内 和彦	

### Physica Status Solidi A

37274	Gen Kamada	216 (2019) 1800539	2015A1278	BL17SU	吹留 博一	Element- and Site-Specific- Many-Body Interactions in Few-Layer MoS <sub>2</sub> During X-Ray Absorption Processes
			2015A1865	BL25SU	吹留 博一	
			2015B1199	BL25SU	吹留 博一	

### Physica Status Solidi - Rapid Research Letters

37033	Tomohiro Nozaki	12 (2018) 1800366	2015B1006	BL39XU	佐橋 政司	Manipulation of Antiferromagnetic Spin Using Tunable Parasitic Magnetization in Magnetolectric Antiferromagnet
			2016A1404	BL25SU	佐橋 政司	
			2016A1030	BL39XU	佐橋 政司	

### Physical Chemistry Chemical Physics

37178	Takuya Mori	18 (2016) 13524-13529	2011A1021	BL14B2	内本 喜晴	Anti-Site Mixing Governs the Electrochemical Performances of Olivine-Type MgMnSiO <sub>4</sub> Cathodes for Rechargeable Magnesium Batteries
			2011B1029	BL02B2	内本 喜晴	
			2012A1021	BL47XU	内本 喜晴	
			2012A1022	BL02B2	内本 喜晴	
			2015B1017	BL01B1	小久見 善八	

### Physical Review C

37092	Akihiro Yoshimi	97 (2018) 024607	2014A1334	BL09XU	吉村 浩司	Nuclear Resonant Scattering Experiment with Fast Time Response: Photonuclear Excitation of <sup>201</sup> Hg
			2014B1524	BL09XU	吉村 浩司	
			2015B1380	BL09XU	吉村 浩司	
			2016A1420	BL09XU	吉村 浩司	
			2016B1232	BL09XU	吉村 浩司	

**Physics and Chemistry of Glasses: European Journal of Glass Science and Technology B**

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
37034	Masanori Suzuki	59 (2018) 181-192	2014B1814	BL04B2	大窪 貴洋	Structural Behaviour of Vanadium Ions in Alkali Borosilicate Glass for Nuclear Waste Storage
			2015B1969	BL14B2	橋本 拓	
			2015B1819	BL04B2	梅咲 則正	

**PLoS One**

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
36870	Yoshiaki Furukawa	13 (2018) e0204355	2015A1122	BL26B2	當倉 武彦	Identification of a Novel Zinc-Binding Protein, C1orf123, as an Interactor with a Heavy Metal-associated Domain

**Polymer**

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
37265	Kazuaki Rikiyama	156 (2018) 102-110	2017B1359	BL40B2	真田 雄介	Micellization of Poly(ethylene oxide)-poly(propylene oxide) Alternating Multiblock Copolymers in Water

**Polymer Bulletin**

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
37187	Mina Sakuragi	61 (2008) 107-117	2006A1510	BL40B2	櫻井 和朗	Entrapment of Immature Amyloid Protofilaments in the Hydrophobic Domain of Schizophyllan

**Polymer Crystallization**

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
			2015A1738	BL19B2	松葉 豪	
			2013B1622	BL19B2	松葉 豪	
			2017B1644	BL19B2	松葉 豪	
			2017B1108	BL40B2	松葉 豪	
2012A1107	BL40B2	松葉 豪				

**Polymer Journal**

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
			2014B1069	BL40XU	篠原 佑也	
			2014A1287	BL20XU	増井 友美	
			2014A7209	BL03XU	篠原 佑也	
			2014B1490	BL20XU	増井 友美	
			2014B7259	BL03XU	篠原 佑也	
			2015A1625	BL20XU	増井 友美	
			2015A7209	BL03XU	篠原 佑也	
			2015B1425	BL20XU	増井 友美	
			2015B7259	BL03XU	篠原 佑也	
			2016A1368	BL20XU	増井 友美	
			2016A7209	BL03XU	篠原 佑也	
			2016B1512	BL20XU	岸本 浩通	
2016B7259	BL03XU	篠原 佑也				

**Proceedings of 28th International Symposium on Transport 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
37185	Tadafumi Daitoku	(2017) USB-23	2015B1432	BL20B2	大徳 忠史	International Visualization of Wooden Biomass during Nonstationary Pyrolysis Using Ultrahigh-Speed X-ray CT

**Proceedings of the International Thermal Spray Conference and Exposition (ITSC 2017)**

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
36907	Ye Yun	(2017) 1045-1048	2012B3788	BL22XU	深田 晋吾	A Novel Way to Analyze the Residual Strain and Stress in Cold-Sprayed Coatings

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

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
			2013A1869	BL41XU	竹田 一旗	
			2013B1363	BL41XU	竹田 一旗	
			2014A1365	BL41XU	竹田 一旗	
			2016B2709	BL41XU	竹田 一旗	
			2017B2728	BL41XU	竹田 一旗	
			2014B6950	BL44XU	三木 邦夫	
			2015B6543	BL44XU	三木 邦夫	
2016A6642	BL44XU	三木 邦夫				
2017A6752	BL44XU	三木 邦夫				

### Progress in Retinal and Eye Research

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
37198	Kehao Wang	(2018) Available online 12 Nov. 2018	2016A1096	BL20B2	Pierscionek Barbara	Biomechanics of the Human Lens and Accommodative System: Functional Relevance to Physiological States
			2017A1197	BL20B2	Pierscionek Barbara	
			2014A1710	BL20B2	Pierscionek Barbara	
			2015A1864	BL20B2	Pierscionek Barbara	

### Radiation Measurements

37188	Aya Torimoto	106 (2017) 46-51	2016A0130	BL01B1	小原 真司	Emission Properties of Cerium-Doped Barium Borate Glasses for Scintillator Applications
-------	--------------	------------------	-----------	--------	-------	---

### Radiation Physics and Chemistry

36978	Kenta Kakitani	153 (2018) 152-155	2015B3609	BL14B1	松村 大樹	X-ray Absorption Study of Platinum Nanoparticles on an Ion-Irradiated Carbon Support
			2017A3609	BL14B1	松村 大樹	

### Review of Scientific Instruments

37031	Hidekazu Mimura	89 (2018) 093104	2015B2009	BL25SU	仙波 泰徳	Fabrication of a Precise Ellipsoidal Mirror for Soft X-ray Nanofocusing
			2016A1362	BL25SU	三村 秀和	

### Science

37166	Simon Wall	362 (2018) 572-576	2016A8008	BL3	Wall Simon	Ultrafast Disorder of Vanadium Dimers in Photoexcited VO <sub>2</sub>
-------	------------	--------------------	-----------	-----	------------	---

### Solid State Ionics

37280	Kezheng Chen	327 (2018) 150-156	2015B1011	BL37XU	内本 喜晴	Effect of Introducing Interlayers into Electrode/Electrolyte Interface in All-Solid-State Battery using Sulfide Electrolyte
			2016A1017	BL37XU	内本 喜晴	

### Structural Dynamics

37242	Vincent Esposito	5 (2018) 064501	2015B8009	BL3	Staub Urs	Dynamics of the Photoinduced Insulator-to-Metal Transition in a Nickelate Film
			2014A8006	BL3	Staub Urs	

### Tetrahedron

37270	Toshi Nakagawa	75 (2019) 315-323	2017A1426	BL38B1	檀上 博史	Construction and Structural Analysis of Mono- and Heterobimetallic Bis(titanate) Molecular Cages
			2018A1194	BL38B1	片桐 幸輔	

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

37201	Kenji Suzuki	67 (2018) 708-714	2008A1766	BL02B1	田中 良彦	Micro-Residual Stresses of Plastically Deformed Austenitic Stainless Steel
-------	--------------	-------------------	-----------	--------	-------	--

### スマートプロセス学会誌 (Journal of Smart Processing)

37009	Taiki Uemura	7 (2018) 154-159	2017B5110	BL16XU	淡路 直樹	Effects of Ag Addition on Solidification Process and Microstructure of InSn Alloy
			2018A5110	BL16XU	淡路 直樹	

### 鑄造工学 (Journal of Japanese Foundry Engineering Society)

37225	Chatcharit Kiattisaksri	90 (2018) 602-612	2015B1465	BL20B2	杉山 明	Time-Resolved and In-situ Observation of Graphite Nucleation Position and Shape Evolution in Hypereutectic Ductile Cast Iron with Mg Addition
			2018A1465	BL28B2	安田 秀幸	
			2016A1367	BL20XU	安田 秀幸	

### 鉄と鋼 (Tetsu to Hagane)

37036	Kakeru Ninomiya	104 (2018) 628-633	2015B1434	BL27SU	西堀 麻衣子	Observation of Chemical State for Interstitial Solid Solution of Carbon in Low-Carbon Steel by Soft X-ray Absorption Spectroscopy
			2016A1428	BL27SU	西堀 麻衣子	

### 日本金属学会誌 (The Journal of the Japan Institute of Metals and Materials)

37224	R. Yoshimura	82 (2018) 78-83	2016B1409	BL20B2	安田 秀幸	In-Situ Characterization of Dendrite Tip Radius in Sn-Based Alloys
			2016A1367	BL20XU	安田 秀幸	

### 鳳翔学叢 (Hosho Gakuso)

37109	Masahiko Tsukada	13 (2017) 147-174	2015B1831	BL43IR	塚田 全彦	Study on the Light Fastness of Red Lacquer for the Reconstruction of West Gate at the Hou-ou-dou of the Byodoin, Part 2 - Chemical Change in Lacquer -
			2016A1703	BL43IR	塚田 全彦	

レーザー研究 (The Review of Laser 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
37119	Yoshinori Nishino	45 (2017) 508-512	2012A8034	BL3	西野 吉則	Nano-Imaging Under Controlled Environment Using SACLA
			2012B8039	BL3	西野 吉則	
			2013A8046	BL3	西野 吉則	
			2013B8051	BL3	西野 吉則	
			2014A8035	BL3	西野 吉則	
			2014B8053	BL3	西野 吉則	
			2015A8052	BL3	西野 吉則	
			2015B8050	BL3	西野 吉則	
			2016A8049	BL3	西野 吉則	
			2016B8065	BL3	西野 吉則	
2016A8001	BL3	山重 寿夫				
2016B8800	BL3	山重 寿夫				

博士論文 (Göteborg Universitet)

37063	Robert Dods	(2017)	2013A8008	BL3	Neutze Richard	Ultrafast Structural Changes in a Bacterial Photosynthetic Reaction Center Probed with XFEL Radiation
37064	David Arnlund	(2014)	2013A8008	BL3	Neutze Richard	X-ray Free-Electron Laser Based Methods for Structural and Ultrafast Dynamics Studies of a Photosynthetic Reaction Centre

博士論文 (京都大学)

37220	Sho Nakajima	(2017)	2015A0114	BL02B1	高谷 光	Mechanistic and Synthetic Studies on Iron-Bisphosphine-Catalyzed Cross-Coupling Reactions of Alkyl Halides
			2015A0114	BL14B2	高谷 光	
			2015A0114	BL27SU	高谷 光	
			2015A0114	BL40XU	高谷 光	
37221	Ryouta Yoshida	(2018)	2015A0114	BL02B1	高谷 光	Development of Metalated Amino Acids and Peptides as Oxidation Catalysts and Application of Those to Selective Lignin Degradation
			2015A0114	BL14B2	高谷 光	
			2015A0114	BL27SU	高谷 光	
			2015A0114	BL40XU	高谷 光	

博士論文 (大阪大学)

36941	Yusaku Takubo	(2018) 1-58	2016A3787	BL22XU	寺崎 英紀	Development of Density Measurement for Metals using X-ray Absorption Imaging Combined with Externally Heated Diamond Anvil Cell
			2017B3782	BL22XU	寺崎 英紀	

博士論文 (東京農工大学)

37069	Yohei Yamamoto	(2017)	2016A1223	BL40XU	養王田 正文	Protein Folding Mechanism of the Group II Chaperonins
-------	----------------	--------	-----------	--------	--------	---

課題以外の成果として登録された論文

光学 (Japanese Journal of Optics)

研究成果番号	主著者	雑誌情報		ビームライン	タイトル
37167	Kensuke Tono	47 (2018) 400-406		XFEL	X線自由電子レーザー施設 SACLA の概要
37168	Kenji Tamasaku	47 (2018) 407-412		光学系	X線自由電子レーザーによるX線非線形光学の発展
37169	Yoshinori Nishino	47 (2018) 413-417		装置&技術	X線自由電子レーザーによる溶液試料のナノ観察
37170	Takahiro Sato	47 (2018) 418-423		装置&技術	X線自由電子レーザーを利用した超高速ポンププローブ計測
37171	Norimasa Ozaki	47 (2018) 424-430		装置&技術	X線自由電子レーザーによる超高压・高温状態物質の観察
37172	Minoru Kubo	47 (2018) 431-434		装置&技術	X線自由電子レーザーによるタンパク質の時分割・無損傷結晶構造解析

Acta Crystallographica Section B

37144	Hidetaka Kasai	73 (2017) 1158-1163	理研	BL44B2	Multi-Temperature Structure of Thermoelectric Mg <sub>2</sub> Si and Mg <sub>2</sub> Sn
-------	----------------	------------------------	----	--------	---



### Chemistry - A European Journal

研究成果番号	主著者	雑誌情報		ビームライン	タイトル
37149	Mattia Sist	23 (2017) 6888-6895	理研	BL44B2	High-Temperature Crystal Structure and Chemical Bonding in Thermoelectric Germanium Selenide (GeSe)

### The Journal of Chemical Physics

37101	Tatsuo Gejo	147 (2017) 044310	理研	BL17SU	Resonant Inelastic X-ray Scattering and Photoemission Measurement of O <sub>2</sub> : Direct Evidence for Dependence of Rydberg-Valence Mixing on Vibrational States in O 1s → Rydberg States
-------	-------------	----------------------	----	--------	---

### Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics

37051	Hiroyuki Shimada	51 (2018) 225601	XFEL		Photoelectron Spectroscopy of Rydberg Excited States in Singly Charged Molecular Ions CS <sup>2+</sup> by NIR Laser Pulses
-------	------------------	---------------------	------	--	--

### Journal of Synchrotron Radiation

37124	Krishna Khakurel	24 (2017) 142-149	理研	BL29XU	Generation of Apodized X-ray Illumination and its Application to Scattering and Diffraction Microscopy
-------	------------------	----------------------	----	--------	--

### Journal of the American Chemical Society

37066	Mayuko Matsumoto	139 (2017) 7164-7167	理研	BL45XU	Compartmentalization Technologies via Self-Assembly and Cross-Linking of Amphiphilic Random Block Copolymers in Water
-------	------------------	-------------------------	----	--------	---

### Journal of the Physical Society of Japan

37019	Satoru Hamamoto	86 (2017) 123703	理研	BL19LXU	Linear Dichroism in Angle-Resolved Core-Level Photoemission Spectra Reflecting 4f Ground-State Symmetry of Strongly Correlated Cubic Pr Compounds
-------	-----------------	---------------------	----	---------	---

### Macromolecular Chemistry and Physics

37015	Yi-Chin Wang	218 (2017) 1700008	理研	BL45XU	The Formation of OTDD Network Structure in PS- <i>b</i> -PI- <i>b</i> -PDMS Triblock Terpolymer
-------	--------------	-----------------------	----	--------	---

### Optics Express

37134	Kei Shimomura	26 (2018) 31199-31208	光学系	BL29XU	Three-Dimensional Iterative Multislice Reconstruction for Ptychographic X-ray Computed Tomography
-------	---------------	--------------------------	-----	--------	---

### Physical Chemistry Chemical Physics

37148	Hazel Reardon	19 (2017) 15734-15744	理研	BL44B2	Revealing the Slow Decomposition Kinetics of Type-I Clathrate Ba <sub>8</sub> Ga <sub>16</sub> Ge <sub>30</sub>
-------	---------------	--------------------------	----	--------	---

### Physical Review B

37147	Mattia Sist	97 (2018) 094116	理研	BL44B2	Role of Vacancies in the High-Temperature Pseudodisplacive Phase Transition in GeTe
-------	-------------	---------------------	----	--------	---

### Polymer Degradation and Stability

37079	Hongyi Gan	145 (2017) 142-149	理研	BL45XU	Synthesis, Properties and Molecular Conformation of Paramylon Ester Derivatives
				BL03XU	

### Respirology Research

37065	Martin Donnelley	18 (2017) 95		BL20XU	High-Resolution Mucociliary Transport Measurement in Live Excised Large Animal Trachea using Synchrotron X-ray Imaging
				BL20B2	

### RSC Advances

36994	Mitsuhiko Morisue	7 (2017) 22679-22683	理研	BL45XU	Amorphous Porphyrin Glasses Exhibit Near-Infrared Excimer Luminescence
-------	-------------------	-------------------------	----	--------	--

### Scientific Reports

37067	Yoon Hee Kim	7 (2017) 1850	理研	BL29XU	Visualization of a Mammalian Mitochondrion by Coherent X-ray Diffractive Imaging
-------	--------------	------------------	----	--------	--

### 博士論文 (名古屋大学)

37102	Yasunori Saitoh	(2017)	理研	BL32XU	ウェルシュ菌エンテロトキシンとクローディン-19との複合体の構造学的研究
				BL41XU	
				BL38B1	

## 「専用ビームライン 中間評価」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

Spring-8 に設置されている専用ビームラインは、登録施設利用促進機関である JASRI の専用施設審査委員会において、「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」に基づき中間評価、次期計画審査等を実施し、その結果は Spring-8 選定委員会で審議されます。以下の 3 機関 5 専用ビームラインについて、専用施設審査委員会（平成 30 年 11 月開催）で中間評価を実施し、その評価結果について Spring-8 選定委員会（平成 31 年 2 月開催）で審議しました。

### 記

#### 中間評価

- ・ JAEA 重元素科学 I ビームライン (BL22XU)
- ・ JAEA 重元素科学 II ビームライン (BL23SU)  
(設置者：国立研究開発法人日本原子力研究開発機構)
- ・ QST 極限量子ダイナミクス I ビームライン (BL11XU)
- ・ QST 極限量子ダイナミクス II ビームライン (BL14B1)  
(設置者：国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構)
- ・ 先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン (BL36XU)  
(設置者：国立大学法人電気通信大学)

審議の結果、5 本のビームラインともに、引き続きビームラインの運用を「継続」する旨の結果を得ました。財団より、各設置者へ通知いたしました。

以下、各施設の中間評価報告書の詳細を掲載します。

#### JAEA 重元素科学 I・II ビームライン (BL22XU、BL23SU) 中間評価報告書

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 (JAEA)、物質科学研究センター、放射光エネルギー材料研究ディビジョンは、原子力研究への貢献とその成果の学術界並びに産業界への還元を目指し、「アクチノイド基礎科学」、「環境・エネルギー材料科学」、「福島事故回復に資する研究 (廃炉研究を含む)」の 3 項目を研究目的として、BL22XU および BL23SU の 2 ビームラインを設置している。

提出された「JAEA 専用ビームライン中間報告書」と口頭による報告発表に基づき、「装置の構成と性能」、「施設運用及び利用体制」、「研究課題、内容、成果」、

「今後の計画」の 4 項目について専用施設審査委員会で評価を行った。その結果、それぞれの項目について一定の水準にあると認められたため、同専用ビームラインの設置を継続することを勧告する。ただし、国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構 (QST) 所管の装置が一部残っていること、これに伴う人員体制において相乗り状態が続いていることなど、同ビームラインは組織変更後の移行過程にあることから、3 年後を目処に再度中間評価を設けることを勧告する。

以下に各項目について評価結果をまとめる。

#### 1. 装置の構成と性能

JAEA 重元素科学 I ビームライン (BL22XU) はアンジュレータを光源とし、アクチノイド M 吸収端か

らランタノイド K 吸収端をカバーする広エネルギー帯 (3~70 keV) の X 線を利用した実験が可能である。本ビームラインの特長として、非密封 RI 試料の測定を可能にする装置が RI 実験棟に整備されている。その他、実験ホール棟の実験ステーションに高温高圧その場観察用回折計 (QST) と DAC 用 X 線回折装置 (QST)、RI 実験棟に HAXPES (JAEA)、高輝度 XAFS 測定装置 (JAEA)、残留応力測定装置 (JAEA)、汎用 X 線多軸回折計 (QST) が導入されている。

JAEA 重元素科学 II ビームライン (BL23SU) はツインヘリカルアンジュレータを光源とする軟 X 線 (0.35~1.8 keV) ビームラインであり、BL22XU と同様、RI 実験棟に実験ステーションを有している。実験ホール棟に光電子分光ステーション (JAEA) と生物物理分光ステーション (QST)、RI 実験棟に ARPES (JAEA)、XMCD (JAEA) が導入され、さらに RI 実験棟に STXM の整備が進んでいる。

これらのビームライン装置群は JAEA ミッションに沿ったものになっており、順調に整備が進んでいると判断できる。QST ビームライン BL11XU から BL22XU に XAFS 装置群を移設するなど、組織変更後のリソースの集中化を進めていることは評価できる。一方で、多くの外部利用者がいる表面ステーションは、施設供用が JAEA のミッションでもあることから維持するとしているが、そのミッションに合っている事を外部に対して明確に示す取り組みが必要であろう。一方、BL23SU において海外機関と共同で世界最高レベルの STXM 装置を RI 実験棟に整備しており、福島事故回復に資する研究における利用が期待される。

## 2. 施設運用及び利用体制

施設運用にあたっては JAEA、QST ともに安全管理に積極的な機関であり評価できる。両機関の場合は、それぞれが管理するビームラインに、他方の機関の実験装置が設置されているという特殊事情があることから、両機関の安全面における連携が非常に重要である。この連携については、両機関合同で安全の連絡会議を毎月開催するなど工夫も伺える。一方で、装置配置や組織体制において、QST と入れ子構造になっており、なお一層の整理が必要である。例えば、BL22XU

での QST 管理下の課題中の事故に際して相互情報連絡が適切に行えていなかった事例や、JAEA では課題等の安全審査が内部外部ともに行われるのに QST では内部に対して行っていないなど、同一ビームラインでの安全管理の一貫性が今一步である。ビームライン管理者が一貫して責任を持てる安全管理が行えるように、両機関の安全管理の連携をさらに充実させていただくよう強く求めたい。特に、非密封 RI を取り扱える RI 実験棟に関しては十分な対策と透明性のある安全確保体制を機能させて頂きたい。

利用支援に対しては、事前技術相談や利用者への技術支援など、十分な選定・利用体制のもとで進められている。外部課題および内部課題の利用は進んでいるが、透明な成果公開が望まれる。特に、具体的な成果に関して、外部課題と内部課題を分けた形で公開することが必要である。一方で、外部課題の選定において、JAEA のミッションに沿った課題を積極的に採択するなど、JAEA ならではの重点化も必要である。

外部利用は BL22XU、BL23SU とともに 30% 程度を維持している。この外部課題はナノテクプラットフォームのもとで行われているが、長期的に安定した外部利用を進めていくためには現在のナノテクプラットフォーム終了後のことを検討する必要がある。

成果非公開利用の件数はここ数年間、BL22XU、BL23SU を合わせて 3~5 件/年で推移している。JAEA として、今後とも利用収入の増加に向けて企業ユーザーの誘致活動を行うとしており期待される。

## 3. 研究課題、内容、成果

口頭発表で取り上げた研究成果 6 件のうち 5 件は福島事故回復、原子力材料科学、アクチノイド基礎科学に関連する物であり、JAEA ミッションに沿った課題を実施している。残りの 1 件である表面酸化反応の研究成果は、外部ユーザーによる「施設供用」というミッションに基づいて実施された課題である。これらの成果は共に、JAEA のミッションに合致しているものの、JAEA 本来のミッションと施設供用とを明確にした上で成果を示す必要がある。

各研究課題に関して、実際どのような業界や JAEA 内の各部署との連携が為されているのかが、現状では明確に見えない。BL22XU と BL23SU の成果がどの

ように社会に貢献しているかを明らかにするために、明確にする必要がある。

ミッションに沿って「アクチノイド基礎科学」を推進することは必要であるが、物性物理の視点からは、何が基礎科学として重要なのか見えてこないため、学会等で情報発信を積極的に行うことも必要である。また、成果のうち、受賞、プレス発表、特許に関して、JAEA ミッションと直接関連するものがない。JAEA ミッションの成果をより積極的に発表する必要がある。

#### 4. 今後の計画

今後の計画の柱として、RI 実験棟の高度化と装置の集中を掲げており、JAEA ミッションを達成するために、適切なものと評価する。BL22XU における、クイック XAFS や KB ミラー導入によるマクロビームの活用、Es の XAFS 測定に向けた高度化が計画され、BL23SU では STXM の整備を進めており、実燃料デブリの分析体制を整えている。これらの計画を実施する予算の手当ても行われている。今後の計画は実施可能かつ妥当なものであり、原子力研究の COE 化を目指して、計画に沿って着実に実施していただきたい。

以上

### QST 極限量子ダイナミクス I・II ビームライン (BL11XU、BL14B1) 中間評価報告書

QST 極限量子ダイナミクス I・II ビームライン（以下、本施設）は、国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構（以下、量研（QST））の専用ビームラインという特性に対応して、荷電粒子、放射性同位元素（RI）、中性子、放射光など様々な量子ビームの発生・制御やこれらを用いた高精度な加工や観察などに係る最先端の技術開発を行うことを目的として設置された。本施設を構成する BL11XU における世界最先端の放射光メスバウアー分光装置と国内唯一の共鳴非弾性散乱装置を活かした研究実績、BL14B1 における水素利用先進材料を始めとした物質研究・材料開発の成果を評価し、専用施設審査委員会（以下、本委員会）は本施設の設置と運用の「継続」を勧告することが妥当で

あると判断した。

ただし、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構（JAEA）所管の装置が一部残っていることと、これに伴う人員体制において相乗り状態が続いていることなど、同ビームラインは組織変更後の移行過程にあることから、3 年後に再度中間評価を実施することを勧告する。

以下、量研から本委員会に提出された「量研専用ビームライン中間報告」、平成 30 年 11 月 16 日に開催された本委員会での報告および討議に基づき、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

本施設は先端的放射光利用技術の開発拠点 BL11XU（QST 極限量子ダイナミクス I ビームライン）と物質研究・材料開発ビームライン BL14B1（QST 極限量子ダイナミクス II ビームライン）から構成されている。

BL11XU は標準型アンジュレータを光源とし、6～70 keV の単色高輝度硬 X 線が利用できる。実験ステーションとしては、放射光メスバウアー分光装置、共鳴非弾性 X 線散乱分光装置、及び表面 X 線回折計が整備されている。放射光メスバウアー分光装置は 10 neV～1 meV のエネルギーバンド幅の超単色 X 線ビームを、集光や偏光を制御して利用する応用研究が実施できる世界で唯一の装置であり、今年度にはビームサイズ（縦）を約 15 mm まで集光し計測効率を従来の 4.5 倍向上させた。共鳴非弾性 X 線散乱分光装置は世界に 3 台しか無く、国内では唯一の装置であり、エネルギー分解能は設置時の 100 meV 程度から銅 K 吸収端で 30 meV、イリジウム L3 吸収端で 50 meV に向上した。表面 X 線回折計は MBE 装置と一体化された半導体結晶の成長過程を 1 原子層ごとに実時間で観測できる世界的にも稀な装置であり、量研発足以降に実験技術が確立された。

BL14B1 は偏向電磁石を光源とし、白色光と高エネルギー単色光の両方を利用できる。量研の実験ステーションとしては、白色光実験用の高温高圧プレス装置と単色光実験用の  $\kappa$ （カッパ）型多軸回折計が整備されている。高温高圧プレス装置では、外部ユーザーが試料を持ち込むだけで安定した高温高圧水素化実験

が可能となる水素化セルの開発を含め実験技術を確立した。 $\kappa$  (カッパ) 型多軸回折計では、低温、高温、電場などの試料環境制御が可能であり、原子2体分布関数測定の高精密化を実現した。

以上のように、国内あるいは世界でも唯一となる装置を含め、量研専用ビームラインとしてのミッションを達成し得る高い性能目標を達成していることは高く評価できる。

## 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

本施設の運用と利用体制を評価する上では、組織及び装置管理の複雑さを考慮する必要がある。組織については本施設の設置組織は量研機構であるが、運用は同機構量子ビーム科学研究部門関西光科学研究所の放射光科学研究センターが担っているため、同機構量子ビーム科学研究部門の高崎量子応用研究所（以下、高崎研）は組織としては内部だが運用としては外部扱いとなっており、課題審査や安全管理において一貫性に欠けている。装置管理については本施設ビームラインに原子力機構（JAEA）の実験装置が配置され、その逆に JAEA 専用ビームラインに QST の実験装置が設置されているという複雑さがある。装置管理については、装置管理組織からビームライン担当者代理を配置しビームライン管理組織のビームライン担当者との情報共有並びに連携が図られている。

安全管理については、安全管理状況調査の結果から示されるように積極的に行われている。特に、ビームライン設置機関とは異なる機関が管理する装置利用の安全確保については、両機関合同の連絡会議を毎月開催するなどの連携が図られている。ビームライン管理者が一貫して責任を持てる安全管理が行えるように、両機関の安全管理の連携をさらに充実させていただくよう強く求めたい。高崎研を除く内部課題の審査で安全審査が行われていないが、内部課題についても安全確認を実験者任せにせず、機関として審査と確認を行うよう改善を求める。

外部利用課題が各期ともほぼ 30%確保されていることは高く評価できる。本施設の実験課題数は 2016A 期の 26 から 2018B 期の 43 と増加している。この増加は主に磁性・スピントロニクスや水素利用先進材料を対象とした高崎研や企業の利用研究によるものと

思われ、次期計画審査結果報告書での提言に対応した量研機構内部利用および産業利用の拡大が進められた結果として評価できる。

## 3. 「研究課題、内容、成果」に対する評価

BL11XU の放射光メスバウアー分光装置では、Ni ナノ粒子の放射光メスバウアー吸収分光や結晶サイト選択的メスバウアー分光などメスバウアー分光法の先進的展開による研究成果が得られている。高性能磁性材料や水素貯蔵材料の開発研究に繋がる成果が得られている。共鳴非弾性 X 線散乱分光装置では、燃料電池白金ナノ粒子触媒における酸素と水の吸着状態のその場測定や鉄系高温超伝導体のスピン状態観測などの成果が得られている。表面 X 線回折計では、窒化ガリウム (GaN) 薄膜の特異な格子変形現象の発見や III-V 族半導体ナノワイヤの構造多形形成モデルの構築などの成果が得られている。

BL14B1 の高温高圧プレス装置では、アルミニウムと鉄から構成される新規水素吸蔵材料の実現やモリブデン、タングステン、ニオブ、タンタルの 4 元素のそれぞれを含む新たな錯体水素化物の合成に成功している。単色光実験用の  $\kappa$  (カッパ) 型多軸回折計では、ニオブ酸カリウム (KNbO<sub>3</sub>) の相転移機構解明や Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> コーティングによるリチウムイオン電池の安定性向上などの成果が得られている。

以上の研究成果は、極めて高い水準のものであり、いずれも本施設のミッションに沿ったものであることは高く評価できる。

成果の公開については、今回の中間評価までの学術雑誌への発表数は BL11XU 関連が 52、BL14B1 関連が 65 であり、両ビームラインとも毎年 20 報前後の論文が発表されている。国際的に著名な学術雑誌での発表数を含め、今後の発表論文数の増加が期待される。自己評価を含めた評価の観点からは、装置毎に発表論文数を年毎にまとめて把握することが望ましい。その他の研究成果公開として、国際学会を含め招待講演が 39 件、学術雑誌の論文賞を含め受賞件数が 9 件、プレス発表件数が 5 件、特許取得が 3 件あることは評価できる。

## 4. 「今後の計画」に対する評価

研究に関する計画は、本施設の利用研究で発見され

た新しい磁気光学効果「X線磁気円偏光発光」を用いた磁気顕微分光法の開発研究などの先進的かつ挑戦的な分野を含め、本施設のミッションに即した磁性スピントロニクス研究や水素利用研究の展開が期待できるものとなっている。また、本施設と JAEA 専用ビームラインの間で装置管理機関とビームライン設置機関が交錯している問題についても、移設などによる改善が計画されている。

個々の計画はいずれも妥当なものであるが、本施設のミッションの更なる明確化、研究計画の先鋭化、専用ビームラインとして他のビームラインとの差別化をより一層進めることを期待する。また、量子材料や物質科学からさらに広い分野への利用拡大や本施設の特徴の一つである白色光の活用など新たな測定技術の開発にも期待する。

計画は全体として方針が明確なものとなっており、本委員会での指摘を反映し、計画通り実現してもらいたい。

以上

### 先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン (BL36XU) 中間評価報告書

提出された先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン BL36XU 中間評価報告書と口頭による報告発表に基づき、専用施設審査委員会で「装置の構成と性能」、「施設運用および利用体制」、「研究課題、内容と成果」、および「今後の計画」の4項目について評価を行った結果、それぞれの項目について優れた水準にあると認められたため、引き続きビームライン設置を継続することを勧告する。以下、評価項目別に詳細を記す。

#### 1. 「装置の構成と性能」に対する評価

BL36XU は、光源として SPring-8 標準真空封止型テーパードアンジュレータを採用しており、ビームライン構成も高時間分解クイック XAFS 計測と 100 nm 集光ビーム形成を可能にする SPring-8 標準デザインを用いて、高時間分解能・高空間分解能をもつ XAFS 計測装置を中心に整備が進められてきている。時間分

解 XAFS 計測装置としては、広範囲なエネルギー領域 (5~35 keV) に対応すべく結晶面の異なる 2 台の分光器を基本にして、10 ms 時間分解クイック XAFS 計測装置、新規開発のガルバノモーター駆動分光器による 800  $\mu$ s 時間分解クイック XAFS 計測装置、さらには超高速計測用 100  $\mu$ s 時間分解エネルギー分散 XAFS 計測装置が整備され、目的としている固体高分子形燃料電池電極触媒の化学反応過程および劣化過程のメカニズムの解明において、異なる時間スケールにそれぞれ対応したりリアルタイム計測を実現している。一方、空間分解 XAFS 計測装置では、2 次元走査型顕微 XAFS 計測装置、深さ分解 XAFS 計測装置、3 次元ラミノグラフィ XAFS 計測装置、3 次元 XAFS-CT 計測装置さらには、XAFS と相補的な情報を与える雰囲気制御型 HAXPES 装置が整備されており、電池電極内に不均一に分布する電極触媒の計測など実燃料電池に対応した計測手法を提供している。以上のように「世界オンリーワン・世界最高性能」を誇る燃料電池研究専用ビームラインとして整備され、2016 年には結像 XAFS イメージング用検出器を設置する目的でビームライン最下流に検出器用ブースを設置するなどして、世界最高水準の装置が維持されていることは高く評価できる。XAFS-CT 再構成のための高速計算機の整備など、解析面・ソフトウェア面での技術開発が行われていることも評価できる。

#### 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

BL36XU は、NEDO 燃料電池プロジェクトの専用ビームラインであり、ビームラインの維持管理、高度化およびユーザー支援は、電気通信大学 SPring-8 分室の常駐のビームライン担当者とテクニカルスタッフが行っており、当初計画に沿った性能目標を達成している。利用研究は主として運営グループである電気通信大学、分子科学研究所、名古屋大学がビームタイムの 2/3 を使用して実施しているが、最近では NEDO 燃料電池プロジェクト参画他機関による測定も行われており、常駐の担当者や分析会社がサポートしている。運営グループからの申請課題は運営グループで審査し、他機関からの申請は、これに NEDO と FC-Cubic を加えた選定会議で審査している。現在までのところ、成果専有利用は行われていない。このような

運用体制は、燃料電池開発の基盤技術開発というプロジェクトの目的に沿ったものであり、ビームラインが安定に利用実験に供され、有効にビームタイムが活用されていることは評価できる。安全面においても、ガス供給排気装置を整備し、日々の巡視・点検が行われている点は評価できるが、他機関からの利用が増える中で、実験や持ち込み機器についてはさらに質を伴った安全管理の向上に期待したい。

### 3. 「研究課題、内容、成果」に対する評価

「世界オンリーワン・世界最高性能」を誇れる時間分解・空間分解性能を有する先端 XAFS/XRD/X 線 CT 計測法、および雰囲気制御型 HAXPES 計測法を構築しており、これにより NEDO 燃料電池プロジェクトが目的としている in-situ 実燃料電池実験に特化した計測システムを利用した研究課題が実施されている。反応機構だけでなく、実燃料電池の開発に重要な劣化機構に関して多くの研究が行われていることは高く評価できる。オペランド XAFS イメージングでは加速劣化試験により Pt-Co 合金の溶出や劣化を可視化し、また EXAFS-CT によって Pt/C 配位数の 3D マップを得るなど、従来まったく得られていなかった燃料電池内部における構造・化学状態情報の取得に成功している。また、反応素過程を高精度に追跡できるように独自開発した計測システムにより、様々な試料・計測条件に対する系統的な時間分解 XAFS の成果が得られており、in-situ 時間分解 XAFS では燃料電池膜電極接合体 (MEA) 内カソード触媒の反応過程や劣化について多くの知見が得られている。雰囲気制御硬 X 線光電子分光法についても、分光器入り口のアパーチャーを縮小することにより完全大気圧下での計測に成功しただけでなく、固液界面の電気二重層の電位計測や、硫黄の化学種の同定など、応用面での成果が上がっている。全体として、特にここ 2 年ほどは Nature Communications や Angewandte Chemie International Edition を始めとして海外のジャーナルに年 10 報程度の利用研究論文が掲載されており、燃料電池プロジェクトという単一テーマを追求するビームラインとしての成果はめざましい。国際的にレベルが高く、しかも独自性の高い成果が着実に得られていることは高く評価したい。その一方で、マイクロ秒時間分解能、サブミクロン空間分解能の測定手法につ

いては、開発は完了しているがまだ十分に活用されているとは言い難い。これらは Spring-8 の他ビームラインで開発された高度な計測技術をベースにしたものであり、実燃料電池開発という重要な利用研究におけるその活用は Spring-8 の利用全体に与えるインパクトが大きいと、これらの手法を活用した成果が望まれる。

### 4. 「今後の計画」に対する評価

将来の燃料電池の実用化には、(出力密度×耐久時間) / (単位出力あたりの貴金属使用量) を 10 倍に高めることが目標となっている。これら 3 つの要素のすべてに関して本ビームラインは貢献できる可能性を持っている。現行 NEDO プログラムは 2020 年 2 月に終了する。残り 1 年半に満たない期間であるが、開発した装置の特性を十分に活かした研究が進められ、より高水準な成果が得られることを期待する。また、本研究で開発された燃料電池 MEA 開発に必要な解析手法を標準化し、産業界の利用が可能な形に整備してゆくことも、本研究の成果を生かし、燃料電池研究を継続する上で重要である。その上で本ビームラインの産業界による利用も検討されたい。

以上

## 放射線安全教育の時間数変更及び e-ラーニング受講システムの運用開始について

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

2018 年 4 月に改正された放射線障害防止法により、放射線発生装置等の使用者はその使用形態に応じた適切な教育訓練を実施するよう求められているところです。このような状況を踏まえ、SPring-8/SACLA におきましても、2019 年度より SPring-8/SACLA の放射線業務従事者登録における放射線安全教育の内容を改訂し、受講時間数を以下のとおり変更することとなりましたので、ご案内いたします。

また、2019 年 3 月より、すべての放射線業務従事登録予定者を対象として e-ラーニングによる放射線安全教育受講システムの運用を開始しますので、あわせてお知らせ致します。

### (1) 放射線安全教育の時間数変更について

放射線業務従事者の各年度初回登録時における放射線安全教育の時間数を次のとおり変更します。

時間数：	区分	2019 年度以降	2018 年度
	加速器収納部に立ち入らない方	45 分	30 分
	加速器収納部に立ち入る方	60 分	

- ・SPring-8/SACLA の放射線業務従事者として登録するためには、所属元において放射線業務従事者の管理を受けている必要があります。
- ・放射線業務従事者の申請手続きに関する詳細については、SPring-8 及び SACLA の各ユーザーインフォメーションならびに理研播磨事業所安全管理室のホームページをご覧ください。

<ホームページ URL>

SPring-8 ユーザーインフォメーション：<https://user.spring8.or.jp/>

SACLA ユーザーインフォメーション：<http://sacla.xfel.jp/>

理研播磨事業所安全管理室：<https://harimariken01.spring8.or.jp/index.php>

### (2) e-ラーニング受講システムについて

2019 年度の放射線業務従事者として登録される方は、e-ラーニング受講システムにより放射線安全教育をご受講ください。e-ラーニングによる教育を受講済みの方は、来所時の受付後すみやかに実験及び作業に従事頂くことができます。

なお、やむを得ず e-ラーニングを受講できない方向けに、来所時の DVD 視聴による放射線安全教育を今後も引き続き実施いたしますが、教育の開始まで待ち時間が発生する場合がありますのでご了承ください。

- ・e-ラーニング受講システムは 2019 年 3 月 1 日より運用を開始します。
- ・「外来放射線作業登録申請書」または「放射線業務従事等承認申請書」の原本を理研播磨事業所安全管理室（放射線管理受付）にて受領後、e-ラーニング受講システムによる放射線安全教育の受講案内を申請者宛にメールにて送信させていただきます。



- e-ラーニング受講システムによる放射線安全教育にはパート毎に設問が設けられています。この設問にすべて正解しないと、安全教育の受講が完了したことにはなりませんのでご注意ください。
- 2018年度分（2019年1月から3月末までに今年度初めて来所される方）の放射線安全教育は従来通り来所時のDVD視聴により行います。

以 上

【放射線安全教育に関する問合せ先】

国立研究開発法人理化学研究所 播磨事業所安全管理室 放射線管理受付

〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都1丁目1番1号 北管理棟 1F

Tel : 0791-58-0904 ext.7560

Fax : 0791-58-0932

e-mail : training@spring8.or.jp (教育訓練受付)

## 利用系グループ活動報告

## タンパク質結晶解析推進室 タンパク質構造解析促進グループ

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
タンパク質結晶解析推進室 熊坂 崇

### 1. はじめに

JASRI タンパク質結晶解析推進室では、アンジュレータを挿入光源とするビームライン (ID-BL) である BL41XU と偏向電磁石光源のビームライン (BM-BL) である BL38B1 の 2 本の共同利用ビームラインについて維持管理とその利用者支援 (理研 BL26B1 の共用枠を含む) を行うとともに、利用者のニーズに対応する高度化・高性能化研究として、(1) ビームラインでの実験の自動化も含めた構造決定の迅速化と、(2) 従来では解析困難であった領域 (微小結晶測定や超高分解能構造決定など) への解析可能範囲の拡大を行い、さらに高度化・高性能化研究に資する構造生物学研究も行っている。本稿では、当室が発足した 2014 年度以降を中心に活動状況を報告する。

### 2. これまでの活動概要

我々は当室発足からの 3 年間 (2014~2016 年度) をスタートアップ期間として捉え、以下の 4 つのミッションの下、活動を行った。

- (1) (限られた資源で) 効率よく最高水準の利用支援を行う。
- (2) 測定装置・技術を世界最高水準に保つ。アンジュレータビームライン (ID-BL) : 巨大分子結晶の高速データ測定システム (シャッターレス法による高速測定、高難度膜タンパク質結晶の構造解析)。偏向電磁石ビームライン (BM-BL) : 分光器と回折計の改修による高精度高効率測定系の確立 (生理的条件下測定技術の開発、オンライン顕微分光測定)。
- (3) 潜在的利用者を掘り起こす (遠隔実験システム・メールインサービスの利用拡大。結晶化実験環境の整備と提供)。

- (4) 利用制度を分かりやすく利用しやすいものにする (生命科学 1 分科の課題選定方式の改定)。

さらに、利用制度改定が一段落した 2017 年度からの 5 年間では、外部資金 (AMED-BINDS 事業) における研究開発・利用支援と連動してミッションを若干更新した。ID-BL では「SPring-8 のビーム性能を生かす〜微小試料・超高分解能」として高輝度微小ビームを活用した高難度試料測定および薬剤設計等に耐えうる高精度高分解能解析を、BM-BL では「一般的な利用の迅速化・自動化&新規性の高い実験」として、創薬研究に応える迅速自動測定・解析および構造機能解明に対応した生理条件測定・構造多様性解析・同時計測をテーマに高性能化を進めている。利用促進については、改めて「初心者利用掘り起こし」を掲げ、結晶化など測定試料調製環境のオープン化および学会展示・研修会・成果報告会での普及啓発と情報提供を進めている。このほか、それらを活用して、外部資金や共同研究のなかで、アカデミア創薬研究への参画や、生命システムの解明を目指した構造生物学研究を進めており、装置開発へのフィードバックが自らも行える態勢を整えている。

### 3. 活動による成果

ID-BL である BL41XU (構造生物学 I ビームライン) では、主に以下のような開発を進めてきた。(1) 巨大分子微小結晶に対応した高強度微小ビーム系と高速測定システムの構築 : 2018A 期より 100 Hz 以上で読出し可能なピクセル検出器 EIGER X 16M を導入、高速化したサンプルチェンジャーSPACE II を開発し交換時間のさらなる短縮を進めた (図 1)。また改造した光学系により高強度微小ビームが実現し、これらを組み合わせた高速高精度測定により超分子複

合体結晶や LCP 法で析出した膜タンパク質結晶などの高難度試料の構造決定に数多く利用されている<sup>[13]</sup>。低角反射の高精度測定系も活用され脂質二重膜の動的性質の解明にも利用された<sup>[4]</sup>。(2) 高エネルギーモードの高性能化：20~35 keV の X 線を利用する高エネルギーモードの最適化を目的として新しい回折計の導入を行った。2018A 期に X 線を用いた調整を完了し、ユーザー利用を開始した。超高分解能回折測定の実現により、金属タンパク質の活性中心の電子状態解析にも利用されている<sup>[9]</sup>。(3) シンクロトロンシリアル測定法の開発：高輝度微小ビームを用いたシリアル測定を実現するとともに<sup>[6,7]</sup>、現在 HAG 法を利用した室温シリアル測定環境を構築中である。

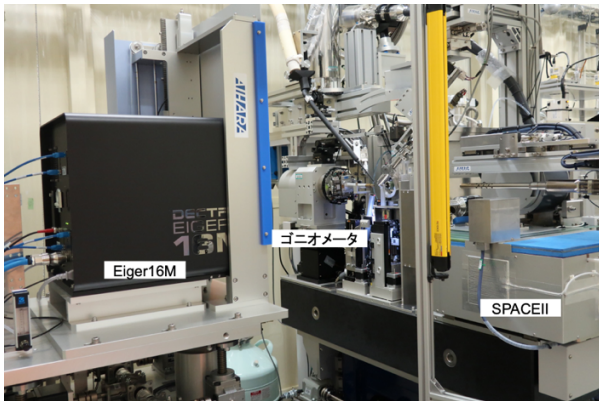


図1 BL41XU 実験ハッチ 2 内部

BM-BL の BL38B1 (構造生物学 III ビームライン) では、主に以下のような開発を進めてきた。(1) ビームの高強度化と測定の高速度化：JASRI 光源基盤部門の協力の下で非対称カットした X 線分光結晶を導入し、波長 1.0 Å で約 2 倍の強度が得られるようになった。2017A 期から利用を開始し、従来よりも微小な結晶 (50 μm 以下) や回折能の低い結晶での測定が可能となった。また、2018A 期より大面積ピクセル検出器 PILATUS3 6M と高速・高精度ゴニオメータを組み合わせ、高速データ収集システムを構築した。これにより、タンパク質のみならず、格子定数の大きな回折能の低い合成超分子結晶の構造解析にも使われている<sup>[8]</sup>。<sup>10)</sup> (2) 室温測定環境の整備：これまでの開発で、膜タンパク質結晶の質の改善や<sup>[11]</sup>、タンパク質の構造多形の誘導<sup>[12]</sup>に成功してきたが、この手法をさらに拡張するために湿度調整装置を改良し、制御可能な温度範

囲を 4~20°C まで拡大した<sup>[13]</sup>。この結果、低温で結晶化された試料でも実験が可能となり、SACLA での時分割構造解析にも応用されたほか<sup>[14]</sup>、温度依存的な構造変化を捉えることにも成功した<sup>[15]</sup>。従来の装置は理研の BL26B1 に移設、運用している。(3) 結晶化プレート回折測定システムの整備：結晶化プレートのまま X 線回折測定ができるシステム (専用ステージ、多関節ロボット、試料保管供給装置) の試験運用を BL26B1 にて開始した。EIGER 4M との組み合わせで効率的な結晶評価とデータ測定が行える。また、結晶試料調製環境 (結晶化ロボット+観察装置) のユーザー利用を開始し、本システムとの連携を進めている。

(4) X 線トポグラフィー測定環境の整備：結晶の品質評価を行う環境を整備し、動的回折の観測により測定系の評価を行った<sup>[16]</sup>。公開に向け検討を進めている。

ビームラインの運用については、2015A 期から実施しているビームタイム配分の新ルールは定着し、年 4~5 回の希望調査に沿ってきめ細かい配分を行っている。2019 年春に共用 PX-BL として BL45XU が運用を開始するとともに、BL38B1 は理研ビームラインとなり PX-BL としての運用からは外れるのに合わせ、同様の運用ルールを成果専有利用にも拡張することも決まり、一体的な運用を行う。

#### 4. 現状の課題と将来の方策

静的ながら高精度で構造が得られる X 線結晶解析法は、タンパク質の立体構造決定法として中心的な役割を担ってきた。しかし、動的構造解析や結晶化などの障壁を乗り越えるのは本法のみでは容易ではなく、CryoEM や NMR などの他手法を複合的に利用して課題を解決する「統合的構造生物学」「相関構造解析」が大きく進展している。関連技術として、当室として独自開発の HAG 法をベースに X 線の長所である室温測定技術の開発を進めている。また、生命研究におけるアカデミア創業の拡がりにも対応し、構造決定を迅速に行える結晶解析の利点をさらに伸ばした迅速自動測定の開発を進め、研究支援体制の強化を図る。さらに本手法の弱点である結晶化については、タンパク質工学的な技術開発で克服を目指したい。

このため、SPring-8 次期計画を見据えた具体的な動きとして、2019 年度より BL38B1 を理研の ID-BL で

ある BL45XU と役割を入れ替え、共用のタンパク質結晶解析用ビームラインを ID-BL2 本体制に移行する。新しい BL45XU では創薬研究などに最適化した迅速自動測定システムの開発をさらに進め、利用に供していく。一方の BL41XU では、特色ある超高分解能回折ステーションのさらなる活用を進めつつ、室温測定やピンクビームによるシリアル測定の効率化、ナノ結晶からの回折や散漫散乱情報の活用など発展的な技術もキャッチアップしていく計画である。BM-BL については、これまで開発してきた室温測定・自動測定の技術を段階的に ID-BL に移行する一方、結晶化環境と連動した結晶解析システムに育てていくことを考えている。これらは従来どおり理研 RSC 利用システム開発研究部門と連携しながら進めていく計画である。

#### 参考文献

- [ 1 ] B. Qiu *et al.*: *Cell Res.* **28** (2018) 644-654.
- [ 2 ] X. Yu *et al.*: *Cell Res.* **27** (2017) 1020-1033.
- [ 3 ] K. Abe *et al.*: *Nature* **556** (2018) 214-218.
- [ 4 ] Y. Norimatsu *et al.*: *Nature* **545** (2017) 193-198.
- [ 5 ] Y. Hirano *et al.*: *Nature* **534** (2016) 281-284.
- [ 6 ] K. Hasegawa *et al.*: *J. Sync. Rad.* **24** (2017) 29-41.
- [ 7 ] M. Yamamoto *et al.*: *IUCrJ* **4** (2017) 529-539.
- [ 8 ] D. Fujita *et al.*: *Nature* **540** (2016) 563-566.
- [ 9 ] Z. Sun *et al.*: *Science* **363** (2019) 151-155.
- [10] T. Matsuno *et al.*: *Nat. Comm.* **9** (2018) 3779.
- [11] A. Kaneko *et al.*: *J. Biol. Chem.* **292** (2017) 15681-15690.
- [12] S. Matsumoto *et al.*: *Sci. Rep.* **6** (2016) 25931.
- [13] S. Baba *et al.*: submitted.
- [14] A. Shimada *et al.*: *Sci. Adv.* **3** (2017) e1603042.
- [15] T. Murakawa *et al.*: *Proc. Natl. Acad. Sci. USA.* **116** (2019) 135-140.
- [16] R. Suzuki *et al.*: *Proc. Natl. Acad. Sci. USA.* **115** (2018) 3634-3639.

#### 熊坂 崇 *KUMASAKA Takashi*

(公財) 高輝度光科学研究センター タンパク質結晶解析推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : kumasaka@spring8.or.jp

## ESRF での実験を通して見えたもの

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用研究促進部門 河口 沙織

### 1. はじめに

若手研究員を対象とした海外研究機関への研修制度を利用し、2018年9月20日～10月3日の間、European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) に滞在した。研修に赴いたきっかけは、2017年8月に参加した高圧科学に関する国際会議、26th The International Association for the Advancement of High Pressure Science and Technology (AIRAPT) での口頭発表後、ESRFの高圧グループのグループリーダーである Dr. Sakura Pascarelli にお声掛けいただき、エネルギー分散 XAFS ビームラインである ID24 へのビームタイム申請を勧められたことにある。新たなユーザー獲得に向け、世界における高圧科学業界からの SPring-8 に対するニーズに関し情報収集を目指して意気込んで参加した AIRAPT であるが、見事、ユーザーとして獲得されてしまったのであった。申請書が受理された後、改めて Dr. Pascarelli にビームタイムを超えた長期滞在について申し出たところ、快く承諾してくださり、研修実施に至った。

ESRF はフランス南部グルノーブル市に位置する大型放射光施設であり、蓄積リングの電子加速電圧は 6 GeV である。加盟国はヨーロッパ 13 カ国、出資国は合わせて 21 カ国であり…といった、ESRF の概要については、ESRF のホームページなどを参照されたい<sup>1)</sup>。本稿を執筆している 2018 年 12 月、ESRF はアップグレード、ESRF-EBS (Extremely Brilliant Source) 計画に向け、20 カ月のシャットダウン期に突入している。

本稿では、ビームライン担当者として勤務 4 年目の (比較的) 若手研究員である筆者が、1 ユーザーとして ESRF で実験を行い、実際に見聞し、触り、感じたことを述べる。勉強不足・稚拙に思われる点もあるとは思いますがご容赦いただきたい。

### 2. ビームタイム申請、受理から出張まで

本項では、ビームタイム申請から出張までの流れを紹介する。筆者周囲にも、ESRF に出張したことがある先輩は多かったが、ビームタイム申請を、特に近年行ったことがあるという方は少なかったため、一項としてまとめることとした。

ビームタイム申請時に提出する書類は 2 種類である。最大 A4 2 枚の Word 形式の申請フォームに、実験の要旨、科学的背景、実験について (手法、必要とするセットアップ、手順、試料の詳細)、何故指定ビームラインを必要とするのか、ビームタイムシフト算出の内訳、期待される成果をまとめる。もう一方は、ユーザーポータルサイトから作成する事務的な書類であり、実験タイトルや要求するビームタイムシフト数、ビームラインの指定、実験・試料条件、共同実験者を入力する。SPring-8 と大きくは変わらない。実験・試料条件の項には高圧実験の圧力範囲を記載する欄があり、単位が、“GPa (万気圧)”で、高圧実験に携わる人間としては、高圧実験が特別のものではなく、一般的なものとして受け入れられているようで大変嬉しく感じた。

このようにして、2018年3月1日の締切 (通常、申請書締切は3月1日と9月10日である) に合わせ提出した申請書であるが、無事7月26日に受理通知をメールで受け取ることが出来た。決定されたビームタイムは9月26日8:00～10月2日8:00までの6日間である。受理通知メールを読んでいて、“Local contact”なる人物の存在が目をついた。ESRF では各課題に対し 1 名以上、Local contact が付く。ESRF 所属の PD 以上の研究員は Local contact になることが可能であり、責任を持ってユーザー対応を行う。本課題の Local contact は Dr. Silvia Bocatto、2017 年末に Ph. D. を取得した若手研究者である。その後、

彼女には ESRF 訪問前のメールでの打ち合わせから、実際の滞在まで、本当にお世話になった。

ビームタイム決定後、Web 上で安全講習とテストを受け、ユーザーポータルサイトより“A form”という、ゲストハウスの予約、Lab の使用、試料の安全性再確認のための書類を作成する。ESRF では、放射線量・放射性物質に対し ALARA（合理的に達成可能な限り低く）の原則に則り、ESRF で実験している人皆を non-exposed worker とすることを保障している。放射線従事者登録や線量計の配布はない。以上で出張準備は完了である。

### 3. 高圧 XRD ビームライン ID27

滞在初日、主担当の Dr. Mohamed Mezouar の案内で、ID27 を見学させていただいた。ID27 は高圧 *in-situ* XRD 計測のためのビームラインである。挿入光源から出た光を液体窒素冷却の二結晶分光器（Si 111、Si 311）により 20–90 keV のエネルギー範囲で単色化している。実験ハッチ（EH）は 2 つあり、EH1 では Paris-Edinburgh 大容量プレスを用いた 15 GPa、2,200 K 程度まで、もしくはヒーターを用いた抵抗加熱式ダイヤモンドアンビルセルによる 1,800 K 程度までの高温高圧実験、またクライオスタットとダイヤモンドアンビルセルを組み合わせた低温高圧実験を対象としている。EH2 にはレーザー加熱システムが整備されており、ダイヤモンドアンビルセルと合わせることで 6,000 K までの高温発生条件における高圧実験が行われている。どちらのハッチにも KB ミラーが設置されており、HxV:  $\sim 3 \times 2 \mu\text{m}$  まで集光した X 線を利用することが可能である。

ESRF では一般に、二結晶分光器からエンドステーションまでビームライン担当者が管理することになっている。SPring-8 の BL10XU では、エネルギーを変更するとどうしても二結晶分光器が熱平衡に達していないことに起因するビーム強度の減衰やゆれが生じてしまい、落ち着くのに数時間以上（出来れば一晩置きたい）要する。しかし、ID27 ではそのようなことはないらしく、帰国後 JASRI の先輩に教えていただいたところによると、ESRF の加速電圧が 6 GeV であり、二結晶分光器への熱負荷が小さいため

であるらしい。

その他、振動が  $1 \mu\text{m}$  より小さいクライオスタット、ポータブルラマン分光システム、マルチチャンネルコリメータ、レーザー加熱光学系・測定系を見学させていただいた。

Dectris 社ホームページの 2018 年 7 月のニューストピックとして、EIGER2X CdTe の試験機を ID27 に設置し、測定を行ったとの記事があった<sup>2)</sup>。実際の検出器を見られるのではと期待していたのだが、試験機は既に Dectris 社に返却されており、見る事が出来ず残念であった。Dr. Mezouar によると、ESRF-EBS に向け全ビームラインで計 4 台の EIGER2 X CdTe 9M を購入、ID27 に 1 台導入予定であるらしい。

ESRF-EBS では、ID27 の実験ハッチは約 50 m 遠くに設置され、最小 5 nm まで集光された微小径 X 線の提供を目指す。また、挿入光源から出射されたままのピンクビーム利用により、low Z 結晶やアモルファスの測定を精力的に実施するべく計画が進められている。

### 4. エネルギー分散 XAFS ビームライン ID24

ビームタイム申請を行った ID24 は 2 本の Branch L・S を持つ、エネルギー分散 XAFS 計測のためのビームラインである。光源としてテーパードアンジュレータを用い、ポリクロメータをラウエ配置している Branch L では 10–28 keV、ブラッグ配置にしている Branch S では 5–13 keV の X 線を用いた XAFS 測定が可能である。1 組の KB ミラー、ポリクロメータ、縦集光ミラーを組み合わせることで、Branch L では 30–200  $\mu\text{m}$ 、Branch S では  $\sim 3 \mu\text{m}$  まで集光された X 線を用いることが出来る。そのため、Branch L では比較的広い分野において利用がなされ、高出力レーザーによる衝撃圧縮実験や、XMCD、XMLD、DRIFTS と XAFS の同時測定が行われており、Branch S ではダイヤモンドアンビルセルに封入された試料のような微小試料を測定対象としている<sup>3)</sup>。実験当時、ESRF では大体のバンチモードで Top-up 運転がなされていなかったため（EBS では Top-up 運転になるようだ）、X 線入射強度は徐々に減衰してし

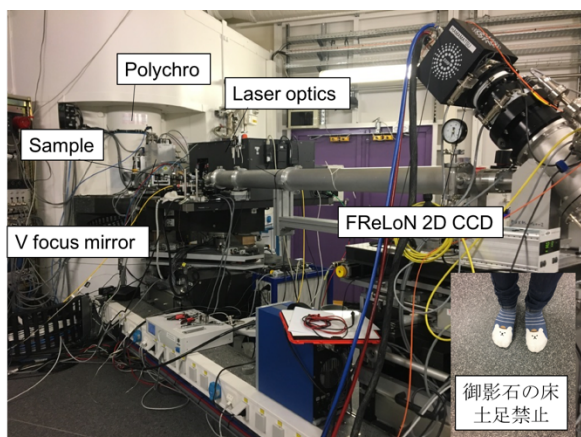


図1 ID24 Branch S のハッチ内

まう。ID24 では X 線強度とポリクロメータなど光学素子の熱負荷をコントロールするため、全光学素子の温度をモニターし、素子の温度に応じて FE シャッター (SPring-8 で言うところの MBS) 直下の 1st slit の開口を自動制御していたことに感服した。

今回私は Branch S を利用した。エネルギー (散乱角) に応じて、 $2\theta$  アームを動かす必要があり、床は滑らかに研磨された御影石で出来ている。土足禁止である。レーザー架台、ならびにディテクターは着脱式で、装置の入れ替えは容易である (図 1)。ビームタイム 2 日前、Dr. Bocatto によるレーザー加熱システム、およびアライメント作業を見学した。ESRF では ID24・ID27 に限らず、高圧グループが力を合わせ、レーザー加熱における“正確な温度測定”を目指し、高性能化に努めている (例えば、色収差をなくす、レーザー加熱スポットと X 線の位置を一致させるなど、詳細は[4,5]などを参照のこと)。ESRF からはレーザー加熱光学系に関して何本もの装置論文が出版されており、前知識を付けて臨んだつもりであったが、論文を読むだけではイメージ出来ない“生の光学系”を見ることが出来、大変勉強になった。少しずつ光学系を変え、テストし比較する。時間もお金も掛かる作業である。どのようにレーザー光学系の開発をしているのか質問したところ、シニア研究員はもちろんのこと、学生までが装置の高性能化に携わっており、それを修士論文のテーマなどにしているそうだ。また、100 万円程度の内部ファンドがあり、失敗しても「何故失敗したのか」、「どのように

改善すべきであったのか」を示すことが出来れば良いらしい。「例え失敗しても得るものがあれば良い」という、日本ではあまり見られない形式の研究費があることにとても驚いた。

ここで、私が ID24 でどのような測定を行ったのか簡単に説明させていただく。モチベーションはダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた高圧下における液体鉄合金の構造が知りたい、ということにある。地球外核は液体鉄合金で構成されており、外核を構成している液体の構造は地球深部ダイナミクスに強い影響を与えていると考えられる。そのため、SPring-8 の BL10XU で現在進めている液体鉄合金の XRD・PDF データと相補的にある、EXAFS の元素選択的な結果を求めて、ビームタイム申請を行った。測定手順は次の通りである。(1) DAC を設置、(2) ルビー蛍光により圧力を測定しながらガス駆動式メンブレンにより加圧、(3) X 線位置、フォーカス位置に DAC を合わせる、(4) サンプルデータ (図 2: A や A' 位置) とリファレンスデータ (図 2: B 位置) を取得し確認、(5) 試料上に加熱レーザーを実際に当てながら位置アライメント、(6) レーザー加熱をしながら測定 (0.5 秒露光、3 回積算) + クエンチデータの取得 (0.5 秒露光、3 回積算)。レーザー出力を変えながら試料が融解するまで何回も繰り返す、(7) 試料の 2 次元マッピング、(8) 減圧。以上、(1) から (8) まで 5-8 時間程度要する。今回のビームタイムでは 15 run の加熱実験を実施し、最高 3,500 K 程度の高圧発生下、145 GPa までのデータを取得することができた (図 3)。通常、ダイヤモンドアンビルセルを用いた高圧発生実験には、天然の単結晶ダイヤモンドを使用するのであるが、EXAFS 測定の場合

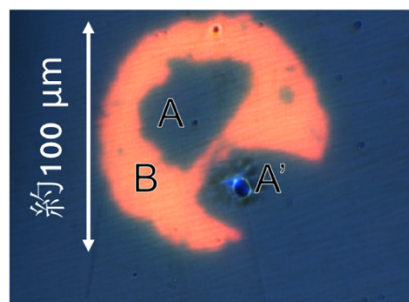


図2 DAC 試料写真 (A, A') 試料、(B) バックグラウンド位置

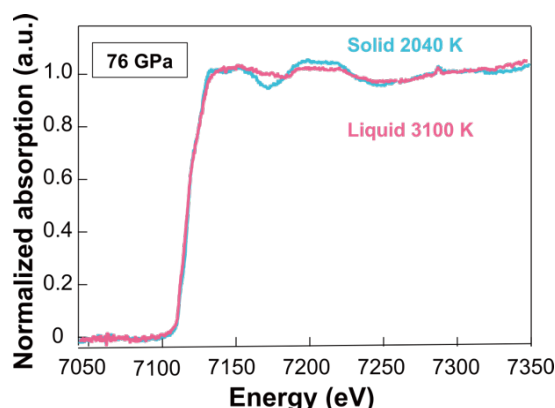


図3 76 GPaにおける試料融解前後のEXAFSデータ

合、単結晶アンビルからのグリッチによるEXAFSデータの汚染を生じてしまう。本研究では、愛媛大学先進超高压科学研究拠点(PRIUS)へ共同研究を申請・受理していただき、ナノ多結晶ダイヤモンド(ヒメダイヤ)をアンビルとして用い実験を行った。

ビームタイム後半はトラブル続きであった。ビームタイム4日目、深夜に加熱用レーザーの出射タイミングとX線の露光スタートのタイミングを合わせるためのトリガー装置の電源をrunボタンと間違えて(うっかり)落としてしまい、再起動の方法が分からず実験がストップしてしまった。また、最終日前夜はインターロック系のトラブルにより光学ハッチの制御が出来なくなってしまい、フロントエンドシャッターすら開かなくなってしまった。後者のトラブルは中々重大で、結局翌日の朝、シニアスタッフと技術スタッフの方が対処してくださるまで測定は再開出来なかったのだが、二晩連続で深夜にDr. Bocattoを起こさざるを得ず、我々の担当するビームラインでトラブルがあった場合、泣く泣く我々に電話をしてくださるユーザーさんの居た堪れない気持ちが分かったのであった。更に同日夜、蓄積リングにおいてRFが1台壊れてしまい、その後最大電流値7割での運転が再開された。疲れている土日や夜にトラブルが起こりやすい(起こしやすい)のはESRFでもSPring-8でも同じなのだと思う。

### 5. ビームライン運営

ESRFもビームラインでのユーザー支援体制はほぼSPring-8と同じで、研究員は土日、夜も交代でユ

ーザー支援をしている。しかし、ビームラインに携わるスタッフの人数は大きく異なる。ESRFでは大抵のビームラインの壁に、問題が生じた場合に連絡をする人物のリストが掲載されている。ID24においてその数なんと17名である。シニアスタッフはそれぞれ、例えば加熱レーザーと周辺光学系担当、レーザーショック用レーザー担当、オペレーション担当というように各種装置ごとに担当が分かっている。また、技術スタッフも同様にマシン担当、電気周辺担当、ソフトウェア担当と専門分野ごとに分かっている。PDもX線調整やユーザー支援を行う。加えて、修士課程・博士課程の学生4-5名が常時所属しており、彼らはユーザーのためにX線の調整は行うことが出来ないが、周辺機器の調整は許可されている。高压発生装置については、高压実験を行うビームラインを跨いで、高压ラボのラボマネージャーであるDr. Jeroen Jacobsが責任を負う。私も滞在中、高压ラボでダイヤモンドアンビルセルをお借りし、サンプリングを行ったが、高压ラボは必要なものが全て揃っていて快適であった。実験中も、試料加压のためのガス圧コントロール装置にトラブルが生じた際、Dr. Jacobsが駆けつけて修理してくださった。ちなみに、SPring-8のBL10XUの壁には3名の担当者の名前が書かれた紙が貼られている。

### 6. ESRF-EBS 前のシャットダウン期を間近に

ESRFは現在、ESRF-EBSに向けた準備を行っている。アップグレードに向け実験ホールに増築された建屋には電磁石がいくつも置いてあり、ここでアライメント作業をしているようだ(図4)。滞在中、ESRF所属の研究員だけではなく、多くのユーザーとも触れ合うことが出来たので、ESRF-EBSに向けたシャットダウン期に実験はどうするのか質問してみた。すると、DiamondやPETRA、APSに行くと思うという返答が多く少し悲しくなった。彼らにとって日本は遠く感じるようだ。また、ヨーロッパ圏内の放射光施設には、旅費・食事費を軽減するシステムがあるなど足を運びやすいらしい。しかし、SPring-8に行く機会があれば是非使用したいとも仰っていた。今後、国際会議に参加した際など積極的にお誘いしようと思う。





図4 増築された実験ホールに置かれている EBS リングに用いる電磁石

## 7. ESRF の女性の働く環境

ESRF に滞在して特に驚いたことは、職員も学生もユーザーにも女性がとても多いことである (図 5)。それを踏まえて Dr. Bocatto に聞いてみた。

「女性、特に妊娠した女性や子供が居るお母さんの働く環境はどうですか?」(勿論、お父さんのだが)、彼女の答えは、「女性が働く環境は少しずつ良くなっている」とのことである。ESRF の産休育休は3ヵ月であるらしく意外と短く感じた。しかし、託児所などはないが、ヨーロッパの文化としてベビーシッターが普及している。何より、両親が共に子育てをすることが当たり前という考え方が一般化しつつあり、私の滞在中にも Dr. Paskarelli が新米パパになる PD に、「奥さんが妊娠中や赤ちゃんが小さいうちはお父さんが家事の8割はしなくては駄目よ」と指導(?)



図5 ID24のスタッフと共に

されていた。実際、ID24 のメンバーにお母さん研究者が多いことが、ESRF の女性の働く環境が良いことを示しているのであろう。

## 8. おわりに -ESRF で見えたもの-

以上のように、装置論文から飛び出した生の装置に触れ、ビームライン担当者、ポスドク、学生、ユーザーの生の声を聞くことが出来た ESRF での経験は本当に貴重なものであった。何より、沢山の若手研究者と交流出来たことがとても嬉しかった。食事を共にしながら研究に関する議論を行い、また日本やヨーロッパの国々の文化の違いについて意見を交わす。同じ年頃の若手研究員が少ない SPring-8 ではあまり出来ないことで心高鳴った。ビームタイムが終了して暫く経つが、未だデータについて、また近況について気にかけてくれる友人も出来た。ああ、本当に良い経験だった…で終わらせてしまうと、皆様に、「結局研修を通して ESRF で何が見えたのか」とご指摘を受けてしまうであろう。そこで改めて、「ESRF で研修をして何が見えたのか」私の考えをまとめてみる。

滞在中、一番心に刺さったことがある。それが、「SPring-8 では1-2名でビームラインを運営しているが、“thinking”する時間は十分にあるのか」と幾人もの研究者に質問されたことである。経験豊かな先輩方なら自信を持って Yes と即答されるだろう。しかし、恥ずかしながら私にはうまく答えることが出来なかった。ESRF では上で紹介したように、1つのビームラインに多くの研究者、技術スタッフが携わっている。学生もビームラインの高性能化に携わり、そこで得られた結果を卒論・論文化する。筆者と同じ年頃の若い PD がユーザー支援など責任ある仕事を任されている。テクニカルスタッフなしでビームライン運営は成り立たず、彼らは大変尊敬されている(もちろん、これは SPring-8 でも同じである)。そして、シニアスタッフの仕事は、“thinking, developing and upgrading”、そして後継者の育成である。お互いが信頼し、切磋琢磨し、より良い高性能化に向け仕事が循環している。世代が循環している。しかし、私は日本の、SPring-8 の研究員である。

まずヨーロッパと母集団が異なる。「人員が少ない」ことを口実にしてはいけない。困難なことがあっても、解決策を見出し、道を開拓するのが我々研究者の仕事であろう。しかし、どうしたら良いのだろうか。筆者なりに出した答えは、“thinking”する時間を作るよう努力すれば良い、ということである。オペレーションに時間を取られているというのであれば、より扱いの簡便な制御システムを構築すれば良い。それはユーザーフレンドリー化にも繋がるであろう。また、自身が得意な分野を尖らせ、最先端にすることがまずは最重要である。更に、新たな装置や手法を導入する必要がある場合、分野・ビームラインの垣根を越えて協力しあうことが大切である。測定系の要になるものは経験でしか知りえないことが多々有り、それは机上の勉強のみでは得られない場合が多いのである。これまで以上に、積極的に他ビームラインの担当者達と意見交換をしたいと思う。

以上のまとめは、しごく当たり前で言うまでもないことと思われるかもしれない。しかし、筆者にとってはようやく出せた解決策・考えなので、ご容赦いただきたい。研修に行かせていただき、私なりに必死で何が問題なのかを思い悩み、そしてそれに対する解決策を考えついた。後は実践あるのみである。これから一生懸命頑張って、再度あの素敵な ESRF の研究者の皆様会いに行き、SPring-8 はこんなにも素晴らしい、と胸を張って議論を交わしたいというのが私の目下の目標である。

#### 謝辞

ESRF における研修滞在をご快諾いただきました Dr. Pascarelli、実験・滞在中サポートいただきました Dr. Bocatto に深く感謝申し上げます。お忙しい中ビームラインを丁寧にご案内くださった ID27 の Dr. Mezour をはじめ様々なビームラインで見学対応いただいた ESRF スタッフ・ユーザーの皆様、出張手続きから帰国後まで全面的にサポートいただいた JASRI 事務の皆様、本研修・研究についてご助言いただいた所内外の研究者の皆様がこの場をお借りし厚く御礼申し上げます。

#### 参考文献

- [ 1 ] <https://www.esrf.eu/>
- [ 2 ] <https://www.dectris.com/company/news/newsroom/news-details/first-results-with-eiger2-x-cdte>
- [ 3 ] S. Pascarelli *et al.*: *Journal of Synchrotron Radiation* **23** (2016) 353-368.
- [ 4 ] M. Mezouar *et al.*: *High Pressure Research* **37** (2017) 170-180.
- [ 5 ] I. Kantor *et al.*: *Review of Scientific Instruments* **89** (2018) 013111.

#### 河川 沙織 KAWAGUCHI Saori

(公財) 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 : 0791-58-0919  
e-mail : sao.kawaguchi@spring8.or.jp

## SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC) 四季報

SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC) 会長  
 関西学院大学 理工学部

水木 純一郎

少し遅くなりましたが、明けましておめでとうございませう。第2回目の「SPRUC 四季報」をお送りいたします。去年暮れには、いよいよ東北放射光施設計画に対して本格的に予算が付くことが報告され、日本にも第三世代の中型放射光施設の実現が見えてきました。これを受け、SPring-8-II 計画が具体的な時間軸を考えたものになるでしょう。SPring-8 が、現在、および将来ともに国際的な研究競争を有利に進め、ユーザーにとって利用しやすい施設となるためにも SPRUC としてもこの計画に積極的に関わっていくことが重要です。しかし、ビームラインやエンドステーションの高性能化・高度化は、これからは時間が途切れることなく進めていかなければいけません。

前号で報告しました、理研-JASRI-SPRUC 3 者のそれぞれのマネジメントレベルの研究者が集まった定期的な会合を夏以降では、10月2日、11月7日、12月18日の3回開催し、上記課題を中心に話し合いを持ちました。今回の四季報では、3者会合や SPRUC 内の議論において、高性能化・高度化の現状と SPRUC 内の企画案、SPring-8 シンポジウムの準備状況についてお知らせします。

### 1. ビームラインの高性能化・高度化に向けた動き

前号で、BL 高性能化検討作業部会から放射光利用の今後の方向性として、(1) 既存計測の自動化・汎用化、(2) 既存計測の技術の高性能化による科学・技術の連続的発展、(3) 既存技術では実現できない新しい計測技術による革新的な理工学の開拓、の3つのカテゴリーに分けられることが報告されたことを紹介しました。これらの流れを受け、施設側では、SPring-8-II も見据えながら、共用・理研・専用施設を

含むビームライン全体の再編の議論がはじまっています。まず施設としての粗いたたき台を作り、それを SPRUC と共有することによって SPRUC 側からのニーズのインプットを募るという段取りです。このために SPRUC としては、今後 SPRUC 幹事会での議論を経て、2018 年度末の3月に SPRUC 会員全体に向けた議論の場を設けることを計画しています。ぜひ多くの SPRUC 会員の方がこの議論に参加され、ユーザーの意見が反映されたビームラインの高性能化・高度化が進むことを期待しています。さらに、これらの課題について継続的な議論の中心的役割を担うようになった SPring-8 シンポジウム、特にパネルディスカッションでは施設の状況に関しての議論を継続的に発展できており、より充実したものにするために、今年は早めに準備を進めています。このパネルディスカッションについてご要望があれば SPRUC 事務局までご連絡をお願いいたします。

### 2. SPring-8 シンポジウム 2019 の開催計画

2019年のSPring-8シンポジウムは、8月30日(金)、31日(土)に岡山大学で開催されます。広島で開催された前々回、姫路で開催された前回のパネルディスカッションを経て、SPRUC 内の議論が継続的に発展してきています。次回のシンポジウムではさらに議論を進めるために例年より早めに準備を開始しています。良い企画等ありましたら研究会代表を通してご提案いただきたいと思います。今後の施設への働きかけに役割が大きくなるシンポジウムですので、皆様のスケジュール表にご予定おきください。シンポジウムのタイトル、詳細なプログラムは実行委員会を中心に議論されますので、決まり次第ご報告するようにいたします。

### 3. お詫び

既にご存知のことと思いますが、第 8 回 SPRUC 評議員選挙において、事務的なミスのために再選挙することになりました。皆様には大変ご迷惑をお掛けしましたことをお詫びいたします。今後はこのようなことのないように細心の注意を払って SPRUC 運営に励みたいと思います。

水木 純一郎 MIZUKI Jun'ichiro

関西学院大学 理工学部

〒669-1337 兵庫県三田市学園 2 丁目 1 番

TEL : 079-565-7433

e-mail : mastery@kwansei.ac.jp

## 第 27 回 SPring-8/SACLA 施設公開のご案内

理化学研究所播磨地区では 4 月 27 日（土）に第 27 回 SPring-8/SACLA 施設公開を開催致します。大型放射光施設 SPring-8 や X 線自由電子レーザー施設 SACLA の公開はもちろん、科学講演会やさまざまな体験イベントを開催する予定です。

入場無料、雨天決行。場内では理研のオリジナルグッズの販売も行います。ぜひご来場ください。

### 記

◎日 時：2019 年 4 月 27 日（土）

9：30 ～ 16：30（入場は 15：30 まで）

◎場 所：理化学研究所 播磨地区（兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1）

◎アクセス：JR 山陽本線相生駅から神姫バス「SPring-8」行き、北管理棟下車

### 【問い合わせ先】

SPring-8/SACLA 施設公開実行委員会事務局

TEL：0791-58-0808（直通）



前回の施設公開の様子

## SPring-8/SACLA 利用者情報 編集委員会

委員長	木下 豊彦	利用推進部
委員	吾郷日出夫	SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC) 編集幹事 (理化学研究所)
	岡田 行彦	企画室
	奥村 英夫	タンパク質結晶解析推進室
	加藤 和男	利用研究促進部門
	河口 彰吾	利用研究促進部門
	坂尻佐和子	利用推進部
	高野 史郎	光源基盤部門
	竹下 邦和	光源基盤部門
	西川 健一	利用推進部
	本間 徹生	産業利用推進室
	松下 智裕	情報処理推進室
	松原 伸一	XFEL 利用研究推進室
	松本 悠史	安全管理室

(以上、敬称略五十音順)

事務局	富松 亮介	利用推進部
	平山 明香	利用推進部
	山本 律	利用推進部

## **SPring-8/SACLA 利用者情報**

Vol.24 No.1 February 2019

### **SPring-8/SACLA Information**

発行日 2019年 2月 15日

編集 SPring-8/SACLA 利用者情報編集委員会

発行所 公益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)



早朝のSPring-8キャンパスに敷かれたホワイトカーペット

JASRI

公益財団法人 **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  
[研究支援部] TEL 0791-58-0950 FAX 0791-58-0955  
[利用推進部] TEL 0791-58-0961 FAX 0791-58-0965  
e-mail : sp8jasri@spring8.or.jp  
SPring-8 Web Site : <http://www.spring8.or.jp/>