

# SPring-8/SACL A

INFORMATION 利用者情報



ISSN 1341-9668 SPring-8 Document D2023-002

**Vol.28 No.1**  
Winter 2023

## SPring-8/SACLA Information

### 目次 CONTENTS

理事長室から 階層構造とウロボロスの蛇ー宇宙〜物質・生命・人間〜素粒子ー

Message from President Hierarchical Structure and Ouroboros Serpent - Universe ~ Matter, Life, Human ~ Elementary Particles -

(公財) 高輝度光科学研究センター 理事長

雨宮 慶幸

President of JASRI

AMEMIYA Yoshiyuki

1

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

マイクロ構造機能解明による次世代自動車三元触媒の実用化

Development of Automotive Catalysts by Means of Micro-Structure Analysis

(株) 豊田中央研究所 分析研究領域

加藤 悟

Materials Analysis & Evaluation Research-Domain, Toyota Central R&D Labs., Inc.

KATO Satoru

2

オペランド X 線トポグラフィ法を用いた動作中 SiC MOSFET における積層欠陥拡張の観察

Observation of Stacking Fault Expansion Motions in Operating SiC MOSFETs Using *In-operando* X-ray Topography Analysis

(株) 日立製作所 研究開発グループ

小西 くみこ

Research and Development Group, Hitachi, Ltd.

KONISHI Kumiko

藤田 隆誠

小林 慶亮

FUJITA Ryusei

KOBAYASHI Keisuke

(株) 日立製作所 研究開発グループ / 九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

米山 明男

Research and Development Group, Hitachi, Ltd. / Beamline Group, SAGA Light Source

YONEYAMA Akio

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

石地 耕太郎

Beamline Group, SAGA Light Source

ISHIJI Kotaro

(株) 日立製作所 研究開発グループ

沖野 泰之

Research and Development Group, Hitachi, Ltd.

OKINO Hiroyuki

島 明生

SHIMA Akio

6

2017 年度指定パートナーユーザー活動報告

強相関電子系における量子臨界現象解明のための共鳴硬 X 線光電子分光および蛍光収量 X 線吸収分光の複合計測技術の構築

Construction of Composite Measurement Technology of Resonant Hard X-Ray Photoemission and Fluorescence Yield X-ray Absorption

Spectroscopies, for Elucidating Quantum Critical Phenomena of Strongly Correlated Electron System

大阪公立大学 大学院工学研究科

三村 功次郎

Graduate School of Engineering, Osaka Metropolitan University

MIMURA Kojiro

魚住 孝幸

UOZUMI Takayuki

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 分光推進室

保井 晃

Spectroscopy Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

YASUI Akira

河村 直己

雀部 矩正

KAWAMURA Naomi

SASABE Norimasa

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター

水牧 仁一朗

Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

MIZUMAKI Masaichiro

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室

筒井 智嗣

Diffraction and Scattering Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

TSUTSUI Satoshi

名古屋大学 未来材料・システム研究所

池永 英司

Institute of Materials and Systems for Sustainability, Nagoya University

IKENAGA Eiji

広島大学 放射光科学研究センター

佐藤 仁

Hiroshima Synchrotron Radiation Center, Hiroshima University

SATO Hitoshi

九州大学 理学研究院

光田 暁弘

Graduate School of Science, Kyushu University

MITSUDA Akihiro

名古屋工業大学 大学院工学研究科

大原 繁男

Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology

OHARA Shigeo

12

2017 年度指定パートナーユーザー活動報告

超高圧高温ダイヤモンドセル実験の新展開

Novel Development of High-Pressure and High-Temperature Diamond-Anvil Cell Experiments

東京工業大学 地球生命研究所 / 東京大学 理学系研究科地球惑星科学専攻

廣瀬 敬

Earth-Life Science Institute, Tokyo Institute of Technology / Dept. Earth and Planetary Science, The University of Tokyo

HIROSE Kei

19

2019 年度指定パートナーユーザー活動報告

大容量プレスを活用した動的地球深部科学の開拓

Developments of in situ X-ray Measurements in Large-Volume Press Towards Understanding the Dynamics of the Earth's Interior

愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター

河野 義生

Geodynamics Research Center, Ehime University

KONO Yoshio

26

2. ビームライン/BEAMLINES ビームラインフロントエンドにおけるエネルギー分解型X線ビームモニターシステム An Energy-Resolved X-ray Beam Monitoring System at Beamline Front-End	(公財) 高輝度光科学研究センター ビームライン技術推進室 Beamline Division, JASRI 佐野 睦 SANO Mutsumi	工藤 統吾 KUDO Togo 糸賀 俊朗 ITOGA Toshiro 後藤 俊治 GOTO Shunji 松本 崇博 MATSUMOTO Takahiro 高橋 直 TAKAHASHI Sunao	34
3. 研究会等報告/WORKSHOP AND COMMITTEE REPORT ALC'22 会議報告 Report of ALC'22 Symposium	(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 分光推進室 Spectroscopy Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI	大河内 拓雄 OHKOCHI Takuo	40
11th International Workshop on Infrared Microscopy and Spectroscopy with Accelerator Based Sources (WIRMS) 2022 報告 11th International Workshop on Infrared Microscopy and Spectroscopy with Accelerator Based Sources (WIRMS) 2022 Conference Report	(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 分光推進室 Spectroscopy Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI 広島大学 放射光科学研究センター/分子科学研究所 極端紫外光研究施設 光源加速器開発研究部門 Hiroshima Synchrotron Radiation Center, Hiroshima University / UVSOR Synchrotron Facility, Institute for Molecular Science	池本 夕佳 IKEMOTO Yuka 加藤 政博 KATO Masahiro	44
フロンティアソフトマター開発専用ビームライン第12回研究発表会 The 12th Conference on Consortium of Advanced Softmaterial Beamline (FSBL)	フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 Advanced Softmaterial Beamline (FSBL)	小島 優子 KOJIMA Yuko 竹中 幹人 TAKENAKA Mikihiro	48
4. SPring-8/SACLA 通信/SPring-8/SACLA COMMUNICATIONS 2023A 期 SACLA 利用研究課題の採択について The SACLA Public Proposals Approved for Beamtime in 2023A Research Term	登録施設利用促進機関 (公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 Registered Institution for Facilities Use Promotion, User Administration Division, JASRI		52
2017 年度指定パートナーユーザー事後評価報告 Post-Project Review of Partner Users Designated in FY2017	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		54
2019 年度指定パートナーユーザー事後評価報告 - 2 - Post-Project Review of Partner Users Designated in FY2019 -2-	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		56
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		58
論文発表の現状 Statistics on Publications Resulting from Work at SPring-8/SACLA	(公財) 高輝度光科学研究センター 利用推進部 User Administration Division, JASRI		60
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		64
専用ビームラインにおける評価・審査の結果について 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		86

利用系活動報告

放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室 多目的回折散乱チーム

Activity Reports - Multi-purpose Diffraction and Scattering Team, Diffraction and Scattering Division

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室

Diffraction and Scattering Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

中村 唯我

NAKAMURA Yuiga

今井 康彦

IMAI Yasuhiko

辻 成希

TSUJI Naruki

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 産業利用・産学連携推進室、回折・散乱推進室

Industrial Application and Partnership Division, /Diffraction and Scattering Division Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室

Diffraction and Scattering Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

小金澤 智之

KOGANEZAWA Tomoyuki

隅谷 和嗣

SUMITANI Kazushi

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 産業利用・産学連携推進室、回折・散乱推進室

Industrial Application and Partnership Division, /Diffraction and Scattering Division Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室

Diffraction and Scattering Division, Center for Synchrotron Radiation Research, JASRI

梶原 堅太郎

KAJIWARA Kentaro

一柳 光平

ICHIYANAGI Kouhei

福山 祥光

FUKUYAMA Yoshimitsu

93

5. 告知板/ANNOUNCEMENTS

SACLA Users' Meeting 2023 ..... 101

SPRUC 第5回 BLs アップグレード検討ワークショップ開催のご案内

SPRUC 5th Workshop on BLs Upgrade ..... 102

## 階層構造とウロボロスの蛇 —宇宙～物質・生命・人間～素粒子—

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
理事長 雨宮 慶幸



物質・生命の時空間の階層構造を計測することは、放射光科学の重要なテーマであり、空間では $10^{11} \sim 10^2$  mの階層(9桁)、時間では $10^9 \sim 10^0$  sの階層(9桁)<sup>1)</sup>が測定対象である。いわゆる multiscale 計測が重要な計測技術として位置づけられて

いる所以である。一方、自然界の空間の階層構造は、ウロボロスの蛇<sup>2)</sup>で表現されるように $10^{26}$  m(素粒子) $\sim 10^{28}$  m(宇宙の大きさ)であり54桁にも及ぶ。ウロボロスの蛇の頭は宇宙を、尻尾は素粒子を象徴し、頭が尻尾を飲み込み、蛇が1つのリングを構成している。頭が尻尾を飲み込みお互いに繋がっているのは、宇宙の解明と素粒子の解明が密接に関係しているからである。SPring-8 がリング状であるので、リング状のウロボロスの蛇を身近に感じている。

自然界の54桁にも及ぶ空間階層構造に驚異の念を感じざるを得ない。空間階層構造という言葉は私が小角X線散乱に携わっていた頃によく用いたが、小角X線散乱で測定できる階層は高々5桁。放射光の他の計測法を組み合わせれば上述の9桁まで広がるが、自然界の54桁と比べるとなんと狭い階層かと思わざるを得ない。

自然界には4つの力(電磁気力、強い力、弱い力、重力)がある。しかし、人間の日常生活の空間階層( $10^3 \sim 10^4$  m)で直接関係する力は電磁気力と重力であり、物質・生命科学が対象とする空間階層( $10^{11} \sim 10^2$  m)では電磁気力のみである。従って、他の3つの力に関する知識がなくても研究を行うことができ、このことは物質・生命科学研究者にとってはありがたいことである。逆に言えば、電磁気力をしっかり理解しておかなければならない。

自然界の54桁の空間階層の丁度真ん中に位置するのは $10^1$  mの階層であり、これは我々人間の大きさの階層にほぼ一致することに気がついた。これは偶然の一致か、それとも人間の空間階層が自然界の真ん中になるようにデザインされてでもいるのか? 人間原理<sup>3)</sup>という考え方があるが、その妥当性に関して、好奇心と空想が広がる。人類は太古から3つの大きな未知を解明すべく自然科学を推進してきた。宇宙(蛇の頭)、物質・生命・人間(蛇の真ん中)、素粒子(蛇の尻尾)である。放射光科学は、物質・生命の未知を解明する研究、及び、ウロボロスの蛇の真ん中に位置する人間の生活向上に資する研究を行うために必須なツールである。

リング状のウロボロスの蛇は、自然界のより本質的な形態は直線(並進運動)ではなく円(回転運動)ではないかという思いを抱かせる。量子論を特徴付けるプランク定数は、[長さ] × [運動量] という次元の物理量<sup>4)</sup>であり、これは自然界の回転運動(角運動量)の最小値を定めている。ちなみに、SPring-8の回転電流は地球上で最も大きい磁気モーメントを創っている<sup>5)</sup>。

皆さんにも是非、リング状のウロボロスの蛇を身近に感じて頂き、自然界のロマンについて色々語り合いたいと思っています。

1) SACLAの場合は、 $10^{15} \sim 10^2$  sの階層(13桁)。

2) <https://www2.kek.jp/ipns/ja/special/belle2-nicolive/particles-and-universe/>

3) <https://ja.wikipedia.org/wiki/人間原理>

4) 作用と呼ばれ、[エネルギー] × [時間] という物理量でもある。

5) [磁気モーメント] = [円の面積] × [電流] であり、SPring-8は巨大な磁気モーメントを創る。しかし、磁化は単位体積当たりの磁気モーメントであるので、磁化に換算すると桁違いに小さくなり、周りの磁場に影響を与えることはない。

# ミクロ構造機能解明による次世代自動車三元触媒の実用化

株式会社豊田中央研究所 分析研究領域  
加藤 悟

## Abstract

世界的な自動車保有台数の増加と環境保護意識の高まりを受け、地球環境への負荷が低い高効率ガソリンエンジンの展開が加速している。自動車排ガスに含まれる窒素酸化物などの有害物質は、排ガス浄化用触媒の細孔内部を拡散しながら反応して浄化される。触媒層の深部には有害物質が届きにくいいため、触媒の利用効率向上が難しいという問題があった。我々は、触媒層の細孔の繋がり（連通性）に着目し、放射光を用いたX線CT撮影により、触媒層の三次元構造データを取得し、得られた連通孔パラメータから細孔内ガス流れを予測するモデルを構築した。このモデルを用いた解析により、触媒層を有効に利用するためには空隙率（触媒層における細孔の割合）を単純に増大させるのではなく、拡散への寄与の小さい孤立細孔を減らして、代わりに連通孔の数を増やすという細孔制御指針を示し、これにより連通孔を増大させる細孔制御技術の実現に繋がった。

## 1. はじめに

世界的な自動車保有台数の増加とともに環境保護意識の高まりを受けて、CO<sub>2</sub>排出の少ない高効率エンジンのガソリン車、電動化技術を導入した次世代車（HEV、PHEV）の展開が加速している。また、自動車排ガスには窒素酸化物、一酸化炭素などの有害物質が含まれているため、自動車排ガス浄化用触媒の装着は必須となっている。近年、より実際の走行を想定したWLTP（乗用車等の国際調和排出ガス・燃費試験法）規制を代表とした高負荷条件（高速・高加速）を含む排ガス浄化試験の採用が広がっており、新たな排ガス規制に対応する必要がある。新たに採用される排ガス規制では、流入する排ガス量が従来よりも増大することによる貴金属の利用効率の低下が課題となる。この課題に対しては、触媒層の細孔制御技術が必要となる。

排ガス中の有害物質は、自動車排ガス浄化コンバータを通過する際に、触媒層の  $\mu\text{m}$  スケールの細孔内

部を拡散しながら反応する。そのため、触媒層の深いところほど有害物質の濃度が低下し、貴金属の利用効率が低下する（図1）。この傾向は、流入するガス量が増大するほど顕著になる。これを防ぐためには、触媒層の細孔制御により奥深くの貴金属の利用効率を向上させる必要がある。

しかしながら、従来の研究開発では、個々の材料要素に着目した解析手法は充実している一方で、材料の集合体である触媒層に着目した解析手法が不足していたため、開発の現場では試行錯誤による検討が多く必要とされていた。そこで本研究では、触媒層の細孔特性がガス拡散性に及ぼす影響に着目し、従来と比較してマクロなレベルで触媒構造と浄化反応の関係を理解し、自動車排ガス用浄化触媒が有する課題に対して、直接的な開発指針を与える解析技術の構築に取り組んだ。

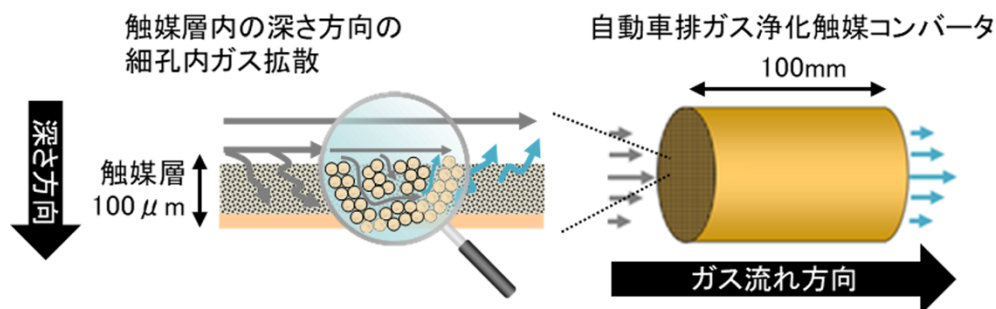


図1 自動車排ガス用浄化触媒の触媒層内における深さ方向のガス拡散現象。

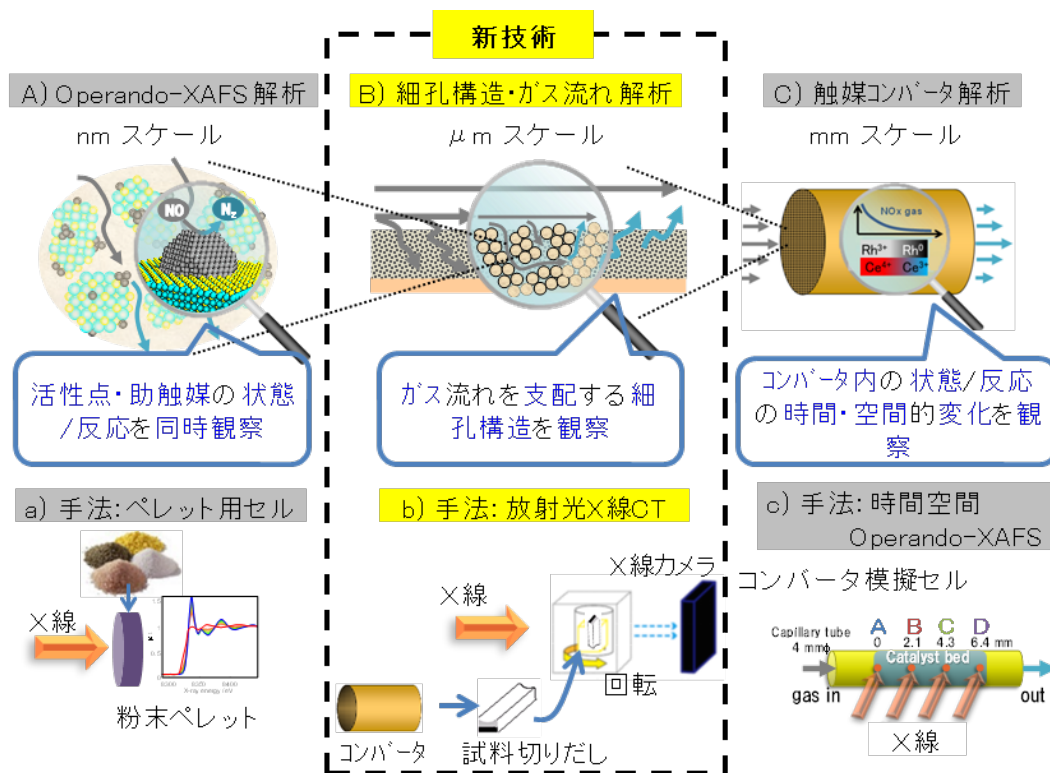


図2 排ガス浄化触媒の放射光解析における要素技術。

## 2. 研究の特色

従来の放射光による排ガス浄化触媒の解析では、図2Aに示すように、触媒中の nm スケールの活性点や酸素吸蔵材などの助触媒の化学状態・構造情報について解析が行われてきた。in-situ または Operando-XAFS により、触媒が作用している状態を動的に追跡する研究も多い。これらの研究では、触媒粉末を圧粉成形したペレットが広く用いられており（図2a）、得られる情報はあくまでビームが照射される数十  $\mu\text{m}$  の範囲の「平均情報」である。また、豊田中央研究所では、時間空間 Operando-XAFS による mm スケールの触媒コンバータ解析技術（図2C）も確立されている。この技術では、コンバータを模擬できるように反応容器が工夫されている（図2c）。一方、我々が新たに構築したのは、放射光 X 線 CT による  $\mu\text{m}$  スケールでの触媒層の細孔構造・ガス流れ解析技術（図2B）である。解析に際しては、従来のペレット形状ではなく、実際の自動車排ガス用浄化触媒から切り出した試料（図2b）を用いた。また、後述するように、細孔の三次元像から連通孔を抽出し、得られる構造パラメータからガス流れを記述する式を構築することにより、

細孔径や屈曲性などがガス流れに及ぼす影響を定量的に解析することが可能になった。

以上をまとめると、本解析技術の特色は、X 線の照射範囲の平均情報に着目していた従来の材料解析のフェーズから、触媒が実際に使用される製品であることに主眼を置き、その部品としての触媒層内部に広がる細孔という微細な空間を解析することにより、触媒の利用効率向上を目指すフェーズに発展したことにある。

## 3. 細孔構造・ガス流れ解析

触媒層の細孔は、図3に示すように、担体の二次粒子の隙間である  $\mu\text{m}$  スケールの二次細孔 (Secondary Pore) と、一次粒子の隙間から構成される nm スケールの一次細孔 (Primary Pore) に分類される。排ガス中の有害物質は、二次細孔を通じて触媒層に侵入した後で一次細孔に侵入し、一次細孔内に存在する貴金属微粒子によって無害化される。そのため、触媒層の奥深くの貴金属を有効に使うためには、二次細孔の連通性が重要である。触媒層の細孔解析には水銀圧入法が用いられることが多いが、この手法で二次細孔の連通

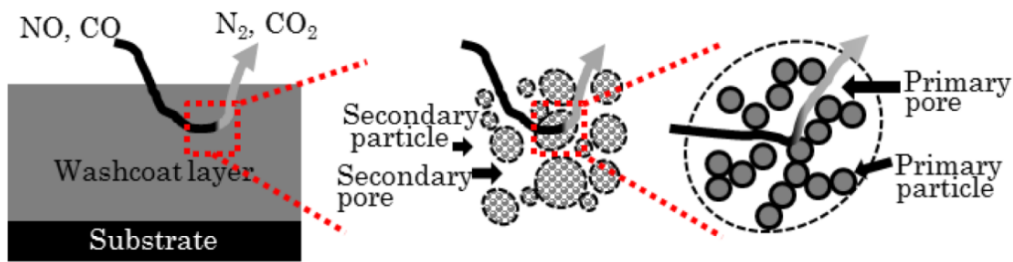


図3 触媒層内部におけるガス拡散機構<sup>[1]</sup>。

性を評価することは困難である。

そこで我々は、実際の自動車排ガス用浄化触媒から数百  $\mu\text{m}$  程度の試料片を切り出し、Spring-8 BL33XU（豊田ビームライン）にて、触媒層の X 線 CT（Computed Tomography）像を撮影し（図 4a）、得られた三次元構造データを基に二次細孔（以降では細孔と表記）の連通性を評価した（図 4b）。連通性の評価では、CT の撮像範囲における連通孔の数、径、屈曲係数を算出することが可能である。

以上のようにして得られた連通孔パラメータからガス透過係数を予測するモデル式を、以下のように提案し、実験値と比較するとともに<sup>[2]</sup>、シミュレーションでもこれを検証した<sup>[1]</sup>。

$$K = \frac{\varepsilon_{\text{eff}} \sum_{i=1}^n (d_i^2/32)(1 + 8\lambda/d_i)}{\tau n} \quad (1)$$

本モデルにおいて、K はガス透過係数、 $\varepsilon_{\text{eff}}$  は連通

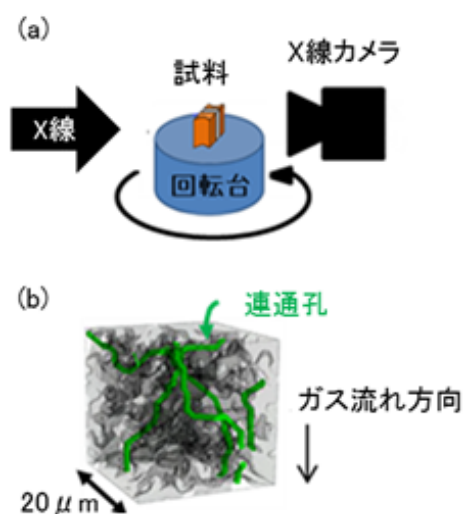


図4 放射光 X 線 CT による触媒層の解析。  
(a)実際の自動車排ガス用浄化触媒から切り出した壁一枚分の微小切片を試料に用いる。  
(b)触媒層の三次元像から抽出した連通孔（緑色）。

孔の容積から算出される有効空隙率、 $\tau$  は連通孔の平均屈曲係数、 $n$  は解析領域において算出された連通孔の数、 $d_i$  は連通孔の直径、 $\lambda$  はガスの平均自由行程である。この式を用いることで連通孔の数・径・屈曲係数がガス透過性にどのように影響を及ぼすかを理解することができる。例えば、触媒のガス透過性を向上させるには空隙率を増大させることが有効であるが、単純に空隙率を増大させただけでは、触媒層が厚くなってしまふことで拡散距離が増大して逆効果になることがある。式(1)からは、空隙率を増大させるのではなく有効空隙率を増大させる、言い換えれば孤立細孔を減らして連通孔の数を増やすことが細孔制御指針として合理的であることが示される。この指針を基に、連通孔を増大させる細孔制御技術を開発した（特許 6364118、6130423）。得られた触媒の連通孔を、既存触媒と比較した結果を図5に示す。既存触媒（図5a）と比較すると、細孔制御触媒（図5b）では連通孔が著しく増えていた。細孔制御触媒の有効空隙率は、既存触媒の約 2 倍であり、また式(1)から予測される透過係数は約 2 倍であった。このような細孔制御による高負荷条件での触媒性能向上については、本章の最後に示す。

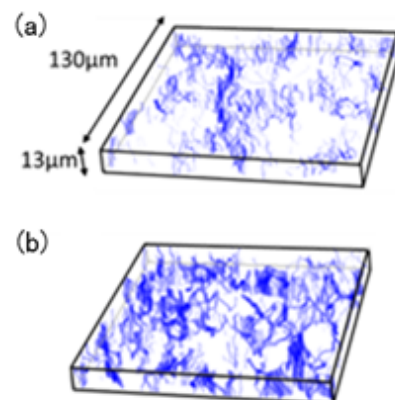


図5 放射光 X 線 CT で可視化した触媒層の連通孔。  
(a)既存触媒、(b)細孔制御触媒。



#### 4. 触媒開発への応用

上述の細孔制御技術と、別途開発した材料技術、これらを用いて調製した新型触媒を、高速変動雰囲気にて既存触媒と比較した結果を図6に示す。空気吸入量が多い範囲つまり高負荷領域において、開発触媒が既存触媒よりも高い性能を示すことが明らかとなった。本触媒は、2017年にトヨタ自動車で実用化され、環境車両の拡大に伴いグローバルに搭載が進んでいる。また、次の触媒開発への応用についても、進展が期待されている。

自動車触媒の開発においては、個々の材料のレベルアップに加え、今回の解析技術の活用に見られるように、製品としての利用効率向上が重要となる。これにより、高負荷条件での浄化性能向上だけでなく、貴金属量の使用量低減にもつながった（2017年の時点で33%減<sup>3)</sup>）。このように、より少量の貴金属を使って、性能のよい触媒を開発することは、資源枯渇の観点からも非常に重要であり、本解析手法の貢献する所は大きい。

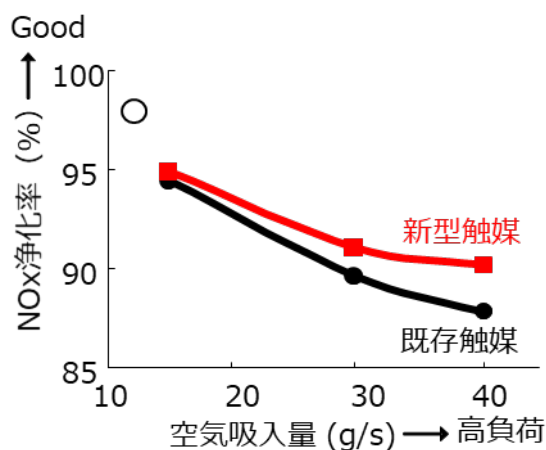


図6 細孔と材料を最適化した触媒の性能。

#### 謝辞

放射光を活用した自動車用排ガス浄化触媒の細孔解析に対して「第20回ひょうごSPRING-8賞」をいただきました。身に余る光栄なことと心より感謝申し上げます。

放射光X線CTの測定ならびにBL33XUへの技術導入に際しては、公益財団法人高輝度光科学研究センターの上杉博士、竹内博士にご助力いただきました。

化学工学に関する議論については、名古屋大学の田川名誉教授と山田助教にご指導いただきました。細孔制御技術の開発に共に取り組ませていただいた、株式会社豊田中央研究所の同僚、ならびにトヨタ自動車株式会社、株式会社キャタラーの皆様には厚くお礼申し上げます。

SPRING-8における解析には、サンビーム BM (BL16B2) および豊田ビームライン (BL33XU) を利用させていただきました (主な課題番号 2014B5370、2015A7012)。

#### 参考文献

- [1] S. Kato et al.: *Chem. Eng. Trans.* **57** (2017) 1237-1242.
- [2] S. Kato et al.: *Chem. Eng. J.* **324** (2017) 370-379.
- [3] I. Chinzei et al.: *SAE Technical Paper.* (2018) 2018-01-0942.

#### 加藤 悟 KATO Satoru

(株) 豊田中央研究所 分析研究領域  
〒480-1192 愛知県長久手市横道 41-1  
TEL : 0561-71-8075  
e-mail : e1325@mosk.tytlabs.co.jp

# オペランド X 線トポグラフィー法を用いた 動作中 SiC MOSFET における積層欠陥拡張の観察

株式会社日立製作所 研究開発グループ 小西 くみこ  
藤田 隆誠、小林 慶亮  
株式会社日立製作所 研究開発グループ  
九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ  
米山 明男  
九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ  
石地 耕太郎  
株式会社日立製作所 研究開発グループ  
沖野 泰之、島 明生

## Abstract

カーボンニュートラルの実現に向けて、高効率なパワーエレクトロニクス機器の利用拡大がより重要となる。現在、パワーデバイスの材料には Si が広く使われているが、更なる省エネルギー化に向けて SiC を使ったパワーデバイスの実用化が開始されている。SiC パワーデバイスは、高耐圧・大電流が求められる電力やモビリティ分野での活躍が特に期待されているが、SiC に含まれる結晶欠陥がその普及を妨げている。具体的には、SiC MOSFET では、デバイスの動作中に積層欠陥が拡張することで、抵抗が増加する信頼性の問題が課題となる。この課題を解決するために、オペランド X 線トポグラフィー法を開発し、世界で初めて動作中 SiC MOSFET における積層欠陥の拡張を直接観察することに成功した。加えて、デバイスの実動作条件下での積層欠陥の拡張機構を解明することで、高信頼な SiC MOSFET の実現に大きく貢献した。

## 1. SiC パワーデバイスの特長と課題

カーボンニュートラルの実現に向けて、電力の供給・需要側の双方で省エネルギー化・電動化が推進されている。電力の供給から消費の末端までを支えるパワーエレクトロニクス機器は、電力の変換や制御を効率よく実施することで、社会を支えるキーコンポーネントとして活躍している。電気エネルギーへの依存度が高まる社会背景の中で、パワーエレクトロニクス機器を用いた電気エネルギーの有効活用がより一層重要となり、パワーエレクトロニクス機器による更なる省エネルギー化が期待される。

パワーエレクトロニクス機器で使用される半導体デバイスはパワーデバイスと呼ばれる。パワーデバイスの特性は、使用する材料に大きく影響を受ける。パワーデバイスの材料として、これまで長年にわたって Si が使用されてきたが、更なる省エネルギー化に向け

て SiC を使ったパワーデバイスの実用化が開始され、市場が成長している<sup>[1-3]</sup>。SiC は Si に比べて大きなバンドギャップと優れた熱安定性を持つため、SiC パワーデバイスは高耐圧かつ低損失で、高温でも動作可能な優れた特長を有する。これらの特長から、SiC パワーデバイスは高耐圧・大電流が求められる電力やモビリティ分野での活躍が特に期待されている。しかし、材料である SiC には結晶欠陥が多いという最大の欠点でデバイスの高信頼化や普及の妨げとなっている。

## 2. SiC MOSFET におけるバイポーラ劣化現象

現在最も応用範囲が広い SiC パワーデバイスは、SiC MOSFET であり、その単位セルの断面概略図を図 1(a)に示す。SiC MOSFET は SiC 基板上に SiC エピタキシャル層を成膜した SiC エピタキシャル基板上に作成され、ゲート電極・ソース電極・ドレイン電

極の3つの端子を持つ。チップの中には、図1(a)で示す単位セルが敷き詰められ、SiC エピタキシャル基板の表面側は複雑な立体構造が形成されている。

SiC MOSFET を用いたパワーモジュールでは、MOSFET の内蔵 PN ダイオード (図1(a)内に図示する) を還流ダイオードとして活用することで小型・低コストなダイオードレス構造が実現可能であるが、内蔵 PN ダイオードの動作中にデバイスのオン抵抗が徐々に増加するバイポーラ劣化現象が課題となる。これは、SiC に存在する線状の結晶欠陥である基底面転位 (BPD: Basal Plane Dislocation) が、電子-正孔再結合エネルギーを受け取り、面状の積層欠陥に拡張することで起こる<sup>14,5)</sup>。積層欠陥は、電流の流れを阻害する高抵抗層であるため、動作中に徐々にデバイスの抵抗が増加してしまう。図1(b)にはSiC MOSFET のバイポーラ劣化現象の例として、内蔵PNダイオードを十分な時間動作させ、前後の電気特性を比較した結果を示す。内蔵PNダイオードの動作中に積層欠陥が拡張することで、動作前に比べて電流が流れにくくなり、抵抗が増加している。

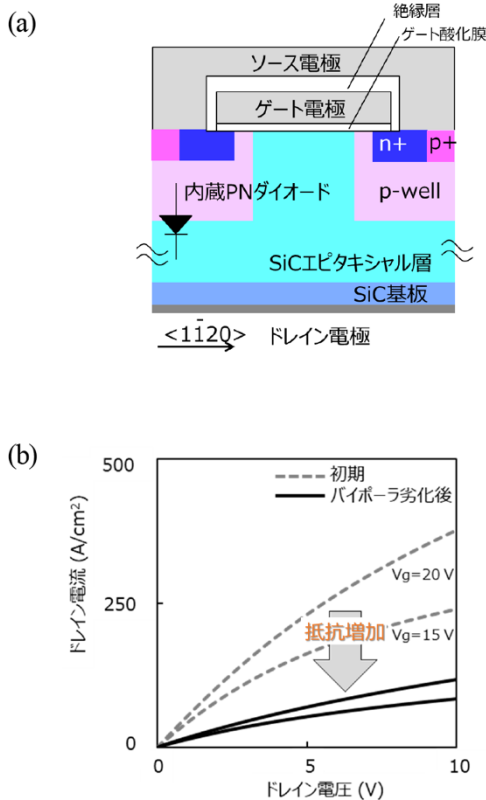


図1 (a) SiC MOSFET の断面概略図 (単位セル)、  
(b) バイポーラ劣化前後の電気特性。

SiC MOSFET におけるバイポーラ劣化現象を解明するためには、動作中 SiC MOSFET 内部の結晶欠陥の挙動を観察する必要があるが、デバイス構造が非常に複雑であるため、通常の試験環境では観察が困難であった。そこで、動作中 SiC MOSFET における結晶欠陥の挙動を可視化するために、オペランド X 線トポグラフィ法を開発した<sup>6)</sup>。加えて、本手法で得られた結果を解析することで、デバイスの実動作条件下での積層欠陥の拡張機構を解明し、高信頼な SiC MOSFET の実現を目指した。

### 3. オペランド X 線トポグラフィ法

図2にオペランド X 線トポグラフィ評価系を示す。評価系は、X 線カメラ、2θ アーム、ゴニオメーター、サンプルホルダー、サンプル冷却機構、電流ストレス印加用電源ユニットから構成されている。検出器には従来の X 線フィルムに替えて高精細かつ高速な X 線カメラを採用することで、X 線トポグラフィ像の連続撮像を可能とした。X 線トポグラフィ像は、デジタルデータとして得られるので、画像処理技術を利用して SiC MOSFET 内部の積層欠陥の変化を解析した。また、X 線トポグラフィ評価は、Si(111)単色器で 10 keV に単色化した放射光を用いて反射配置で実施した。回折面は、積層欠陥が観察できる SiC(022 10)を選定した。

SiC MOSFET に電流を流すため、SiC MOSFET を DBC (Direct Bonded Copper) 基板上に半田を用いて実装した。その後、SiC MOSFET 表面に形成されたゲート、ソース電極上にワイヤを接合し、DBC 基板を電流ストレス印加用電源ユニットと配線ケーブルで接続した。オペランド X 線トポグラフィ観察時には、SiC MOSFET 内蔵 PN ダイオードに流す電流を任意に変更可能である。また、DBC 基板は冷却機構と接続されたヒートシンク上に設置されており、動作中の MOSFET の接合温度も任意に制御できる。

SiC MOSFET に電流を流し始めると、SiC MOSFET の接合温度が上昇する。この通電による発熱の影響のため、SiC MOSFET のブラッグ回折条件を満たす X 線の入射角がドリフトし、回折した X 線強度が不安定になる。この不安定性を抑制するため、SiC MOSFET の動作中にブラッグ回折条件を満たす入射角を維持

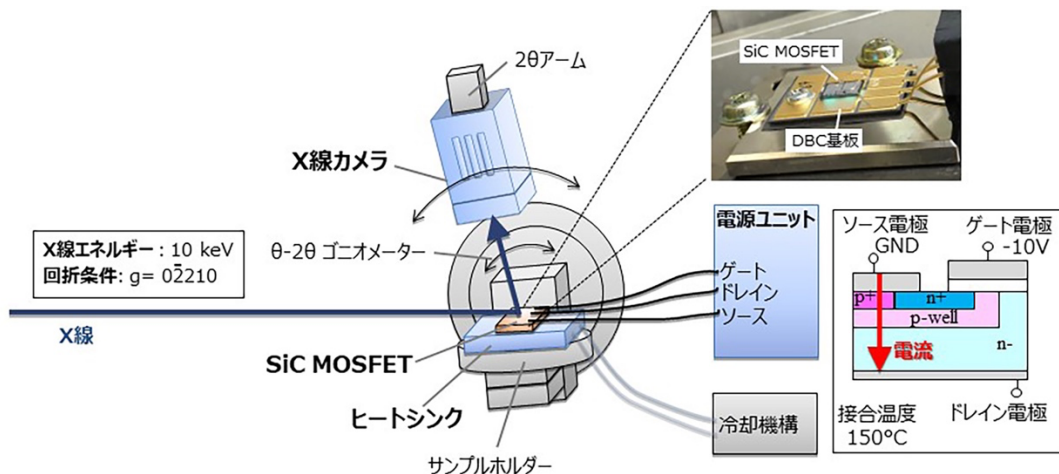


図2 開発したオペランドX線トポグラフィー評価系。

するように設計されたフィードバック機構を導入した<sup>7)</sup>。本フィードバック機構では、取得したX線トポグラフィー像の強度分布が均一となるような角度を制御PCで計算し、ステージの角度、すなわちX線入射角の補正を自動で行った。

4. 動作中 SiC MOSFET 内での積層欠陥拡張の様子

SiC MOSFET の内蔵 PN ダイオードに電流を流しながら、オペランドX線トポグラフィー観察を行い、その結果を解析した。

図3(a)はSiC MOSFET の内蔵PN ダイオードに電流を流した際のタイムチャートと通電条件である。ゲート電圧は-10V、接合温度は150°Cに設定した。通電試験は、段階的に電流を増やした3ステップとし、電流密度は70 A/cm<sup>2</sup>、220 A/cm<sup>2</sup>、400 A/cm<sup>2</sup>と設定した。通電時間は、各電流密度でそれぞれ2.5時間、20分、20分とした。また、X線カメラの露光時間は1秒とした。本解析で使用したタイミングを図3(a)において、タイミング1, 2, … 6として示した。

各タイミングで得られたX線トポグラフィー像を

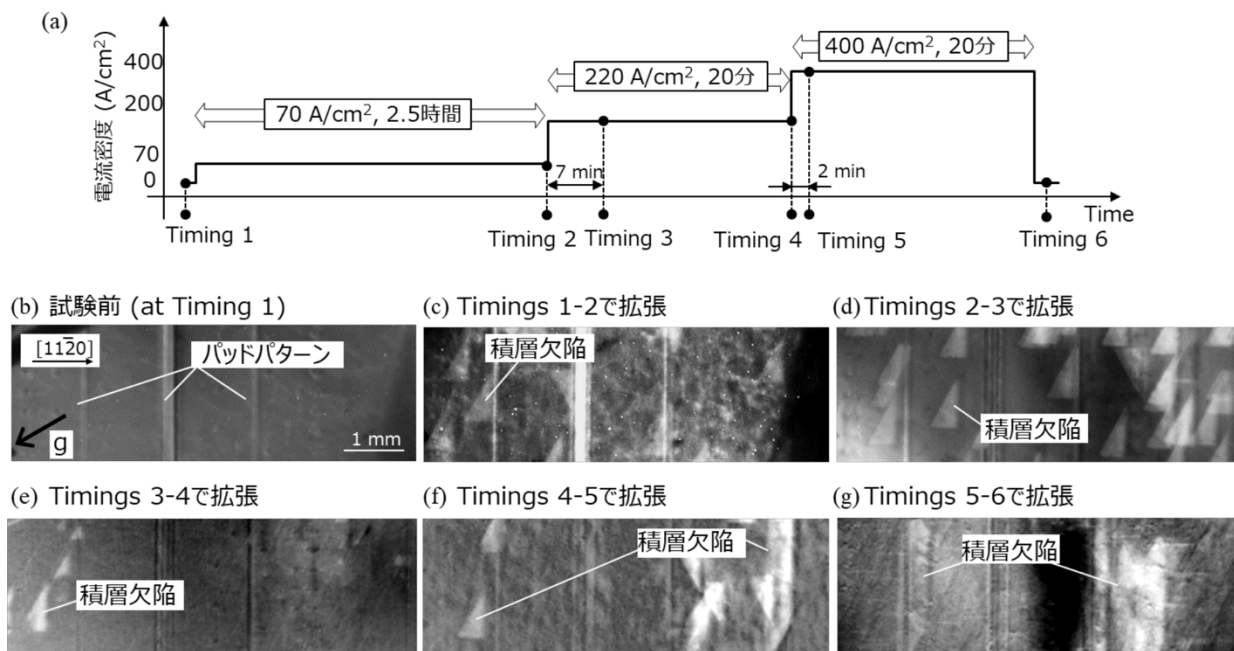


図3 (a) SiC MOSFET の内蔵PN ダイオードに対して実施した通電試験条件とタイムチャート、(b)-(g) X線トポグラフィー像、(b) 通電試験前の状態、(c)-(g) タイミング1と2、タイミング2と3、タイミング3と4、タイミング4と5、タイミング5と6の間に拡張した積層欠陥。

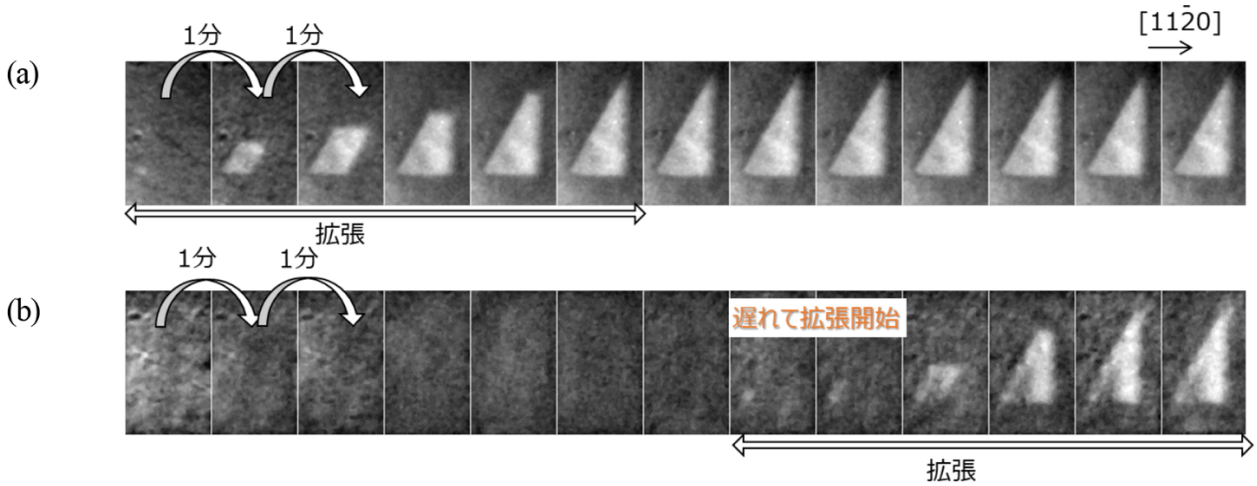


図4 SiC MOSFET における積層欠陥拡張の様子。(a) 通電試験開始時に積層欠陥が拡張するケース、(b) 積層欠陥が遅れて拡張するケース。

減算処理することで、特定のタイミング間に拡張した積層欠陥を抽出した。画像処理後の X 線トポグラフィー像を図 3(c)-(g)に示す。図 3(b)はタイミング 1 (通電試験前) の X 線トポグラフィー像である。図 3(b)から、通電試験前の SiC MOSFET 内には積層欠陥がないことが確認できる。しかし、図 3(c)に示すように、 $70 \text{ A/cm}^2$  の通電試験の間にいくつかの積層欠陥が拡張した。図 3(d)に示すように、 $220 \text{ A/cm}^2$  の通電試験開始時には、 $70 \text{ A/cm}^2$  の通電試験で拡張した積層欠陥とは別に、新たな積層欠陥が拡張した。図 3(e)では、 $220 \text{ A/cm}^2$  の通電試験で遅れて拡張した積層欠陥が確認できる。同様に、図 3(f)に示すように、 $400 \text{ A/cm}^2$  の通電試験開始時には、 $70 \text{ A/cm}^2$  や  $220 \text{ A/cm}^2$  の通電試験で拡張した積層欠陥とは別に、新たな積層欠陥が拡張した。また、図 3(g)では、 $400 \text{ A/cm}^2$  の通電試験で遅れて拡張した積層欠陥が確認できる。

これらの結果から、積層欠陥が拡張する様子が鮮明に観察され、世界で初めて動作中 SiC MOSFET における積層欠陥の拡張を直接観察することに成功した。また、積層欠陥はそれぞれ異なる電流密度で拡張を開始すること、拡張開始タイミングは同じ電流密度でも異なることが明らかになった。

図 4 は、SiC MOSFET における積層欠陥の拡張の様子を 1 分間隔で示した時間分解 X 線トポグラフィー像である。これらは、内蔵 PN ダイオードへの電流密度を  $220 \text{ A/cm}^2$  に設定して撮像されたものである。図 4 には、(a)通電開始時に積層欠陥が拡張する標準的

な場合、(b)積層欠陥が遅れて拡張開始した場合、の 2 つの例を示す。図 4 に示すように、拡張する積層欠陥の形状は、初期のひし形から、台形に変形し、最終的に三角形に変化する。なお、積層欠陥の起点となる BPD は SiC MOSFET 表面から深い領域に位置するため、図 4 の撮像条件では検出されていない。図 4(b)から、(a)と同じ電流密度であっても、積層欠陥が遅れて拡張を開始することがわかる。先行研究を考慮すると、同じチップ、同じ電流密度であっても、積層欠陥の起源である BPD の構造の違いにより、積層欠陥拡張のタイミングが同期しなかったと推察するか<sup>8,9)</sup>、それを明らかにするためには、TEM 分析や X 線トポグラフィー分析によるバーガーズベクトル解析などの詳細な検討が必要である。

オペランド X 線トポグラフィー観察において、動的に得られた観察結果は非常に重要であり、図 4(b)に示すような遅れて拡張する場合を考慮に入れて、バイポーラ劣化現象の対策をする必要がある。

#### 5. 積層欠陥の拡張速度と電流密度の関係

続いて、SiC MOSFET 内で拡張する積層欠陥の拡張速度を評価した。なお、この拡張速度は、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  方向へ投影した値である。図 5 は、積層欠陥の  $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  方向の拡張速度を、SiC MOSFET 内蔵 PN ダイオードに流す電流密度の関数として示したものである。図 5 から、多少のばらつきはあるものの、SiC MOSFET 内における  $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  方向の積層欠陥の拡張速度は、

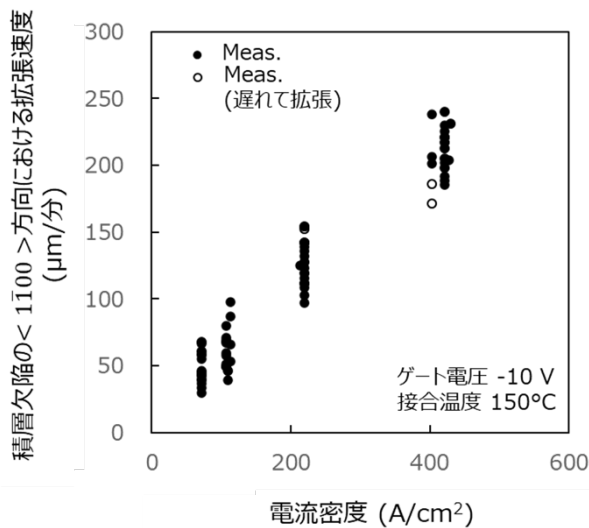


図 5 積層欠陥の<1100>方向における拡張速度と電流密度の関係。

内蔵PN ダイオードに流れる電流密度に伴って大きくなる。これは、積層欠陥拡張の駆動力となるSiC中の正孔密度が電流密度に伴って大きくなるためである。図4(b)に示した、遅れて拡張を開始した積層欠陥の拡張速度は、標準的な場合とほとんど等しく、その発生頻度は少ないことが明らかになった。

## 6. まとめと今後の展望

SiC MOSFET におけるバイポーラ劣化現象を解明するために、動作中SiC MOSFETにおける結晶欠陥の挙動を可視化するオペランド X 線トポグラフィー法を開発した。

内蔵PN ダイオードに対する電流密度を 70 A/cm<sup>2</sup>, 220 A/cm<sup>2</sup>, 400 A/cm<sup>2</sup> と段階的に大きくして観察を行った結果、動作中SiC MOSFETにおける積層欠陥の拡張を直接観察することに世界で初めて成功した。加えて、X線トポグラフィー像を解析することで、各電流密度で異なる積層欠陥が拡張すること、同じ電流密度でも拡張開始のタイミングが異なることを明らかにした。また、時間分解X線トポグラフィー像から抽出した積層欠陥の拡張速度は内蔵PNダイオードに流れる電流密度に伴って大きくなった。

本研究で開発したオペランド X 線トポグラフィー法を活用することで、デバイスの実動作条件下での積層欠陥の拡張機構を解明し、図6に示すSiCパワーモジュールのダイオードレス構造を実現する高信頼な

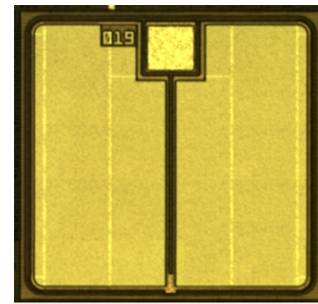


図 6 SiC パワーモジュールのダイオードレス構造を実現する高信頼 SiC MOSFET。

SiC MOSFET の実現に貢献した<sup>[10]</sup>。このSiC MOSFET を用いた SiC パワーモジュールにより、電力・鉄道・電気自動車などの分野で大きな省エネルギー効果が得られ、カーボンニュートラル実現に向けたCO<sub>2</sub>削減目標達成への貢献が期待される。

## 謝辞

本実験は SPring-8 の BL16B2 ビームライン (課題番号: 2018A5400, 2018B5400, 2019A5400, 2019B85400, 2020A5400) と、SAGA-LS の BL07、BL09 ビームラインにおいて行われました。

## 参考文献

- [1] J. A. Cooper, Jr. and A. Agarwal: *Proc. IEEE* **90** (2002) 956.
- [2] H. Okumura: *Jpn. J. Appl. Phys.* **45** (2006) 7565.
- [3] T. Kimoto: *Jpn. J. Appl. Phys.* **54** (2015) 040103.
- [4] M. Skowronski and S. Ha: *J. Appl. Phys.* **99** (2006) 011101.
- [5] T. Kimoto and H. Watanabe: *Appl. Phys. Express* **13** (2020) 120101.
- [6] K. Konishi, R. Fujita, K. Kobayashi, A. Yoneyama, K. Ishiji, H. Okino, A. Shima and T. Ujihara: *J. Appl. Phys.* **130** (2021) 145703.
- [7] A. Yoneyama, S. Takeya, T. T. Lwin, D. Takamatsu, R. Baba, K. Konishi, R. Fujita, K. Kobayashi, A. Shima, M. Kawamoto, H. Setoyama, K. Ishiji and Y. Seno: *J. Synchrotron Rad.* **28** (2021) 1966-1977.
- [8] S. Hayashi, T. Yamashita, J. Senzaki, T. Kato, Y. Yonezawa, K. Kojima and H. Okumura: *Appl. Phys. Express* **12** (2019) 051007.
- [9] Y. Ishikawa, M. Sudo, Y. Yao, Y. Sugawara and M. Kato: *J. Appl. Phys.* **123** (2018) 225101.

[10] 「耐久性と低消費電力特性を両立した新構造 SiC パワーデバイス「TED-MOS®」を製品化」株式会社日立製作所、ニュースリリース、2021年1月26日

TEL : 042-323-1111  
e-mail : akio.shima.yw@hitachi.com

小西 くみこ KONISHI Kumiko

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280  
TEL : 042-323-1111  
e-mail : kumiko.konishi.qo@hitachi.com

藤田 隆誠 FUJITA Ryusei

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280  
TEL : 042-323-1111  
e-mail : ryusei.fujita.kw@hitachi.com

小林 慶亮 KOBAYASHI Keisuke

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280  
TEL : 042-323-1111  
e-mail : keisuke.kobayashi.ay@hitachi.com

米山 明男 YONEYAMA Akio

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280  
TEL : 042-323-1111  
e-mail : akio.yoneyama.bu@hitachi.com  
九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ  
〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘 8 丁目 7 番地  
TEL : 0942-83-5017  
e-mail : yoneyama@saga-ls.jp

石地 耕太郎 ISHIJI Kotaro

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ  
〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘 8 丁目 7 番地  
TEL : 0942-83-5017  
e-mail : ishiji@saga-ls.jp

沖野 泰之 OKINO Hiroyuki

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280  
TEL : 042-323-1111  
e-mail : hiroyuki.okino.wj@hitachi.com

島 明生 SHIMA Akio

(株)日立製作所 研究開発グループ  
〒185-8601 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280

2017 年度指定パートナーユーザー活動報告

強相関電子系における量子臨界現象解明のための  
共鳴硬 X 線光電子分光および蛍光収量 X 線吸収分光の  
複合計測技術の構築

大阪公立大学 大学院工学研究科 三村 功次郎、魚住 孝幸  
 公益財団法人高輝度光科学研究センター  
 放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
 保井 晃、河村 直己、雀部 矩正  
 公益財団法人高輝度光科学研究センター  
 放射光利用研究基盤センター 水牧 仁一朗  
 公益財団法人高輝度光科学研究センター  
 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室 筒井 智嗣  
 名古屋大学 未来材料・システム研究所 池永 英司  
 広島大学 放射光科学研究センター 佐藤 仁  
 九州大学 理学研究院 光田 暁弘  
 名古屋工業大学 大学院工学研究科 大原 繁男

(1)

指定時PU 課題番号/ビームライン	2017A0071/BL09XU							
PU 氏名 (所属)	三村 功次郎 (大阪公立大学)							
研究テーマ	強相関電子系における量子臨界現象解明のための共鳴硬 X 線光電子分光および蛍光収量 X 線吸収分光の複合計測技術の構築							
高度化	共鳴硬 X 線光電子分光計測技術の基盤開発							
利用研究支援	当該装置を用いた利用実験の支援							
利用期	17A	17B	18A	18B	19A	19B	20A	合計
PU 課題実施シフト数	41.875	47.375	44.125	47.75	23.875	35.375	45	285.375
支援課題数	1	2	5	6	8	7	9	38

(2) PU 活動概要

1. はじめに

硬 X 線光電子分光 (HAXPES) は、元素選択的かつバルク敏感な電子状態の情報取得できるため、広範な物質系において電子状態研究の強力な実験手法となっている。我々は、HAXPES をさらに深化・発展させた共鳴 HAXPES 計測技術の開発を行った。加えて、蛍光収量による X 線吸収分光 (XAS) との複合計測化を達成した。共鳴 HAXPES は、HAXPES を内殻吸収端近傍で励起エネルギーを掃引することで、光電子放

出過程に対する共鳴効果を観測できる強力な実験手法であり、例えば、希土類 5d-4f 電子間のクーロン相互作用<sup>1)</sup>を実験的に評価することが可能となる。これにより、希土類化合物の価数揺らぎに起因した非従来型超伝導や非フェルミ液体など、新奇量子臨界現象の理解において重要なパラメータを実験的に直接評価することができる。しかし共鳴 HAXPES は、実験的・解析的な困難さから 2000 年に報告<sup>2)</sup>があった以外には例がない状況であった。本報告では、我々パートナーユーザー (PU) が実施した共鳴 HAXPES 計測の開



発状況と計測例を紹介し、他の試料系への応用を含め、今後の展望について述べる。

## 2. 高度化への協力

ID、二結晶分光器、チャンネルカット分光器からなる光学系と電子エネルギー分析器 (Scienta Omicron 社 R4000) との同期制御技術の開発を行った。同社の“SESWrapper”ライブラリと LabVIEW ソフトウェアのマッチングを取ることで、光学系のエネルギー掃引と電子エネルギー分析器の光電子検出を一体化させた共鳴 HAXPES スペクトル計測の完全自動化を達成した。

共鳴 HAXPES スペクトルの自動計測化に加えて、測定シーケンスファイルを作成するマクロを作成した。このマクロは、励起エネルギー、内殻スペクトルの測定運動エネルギー範囲、測定回数などの情報を容易にライブラリ化でき、同一励起エネルギーにおいて共鳴 HAXPES、共鳴 Auger 計測が混在する状況にも対応できる仕様になっている。これにより、測定メニューを手入力する場合と比較して、スペクトル計測までの時間の大幅な短縮化や、入力ミスによる実験トラブルの回避ができるようになった。本マクロによるユーザビリティの向上は、実際に利用したユーザーから高評価を受けており、新規ユーザーを呼びこむ際の障壁の緩和につながっている。

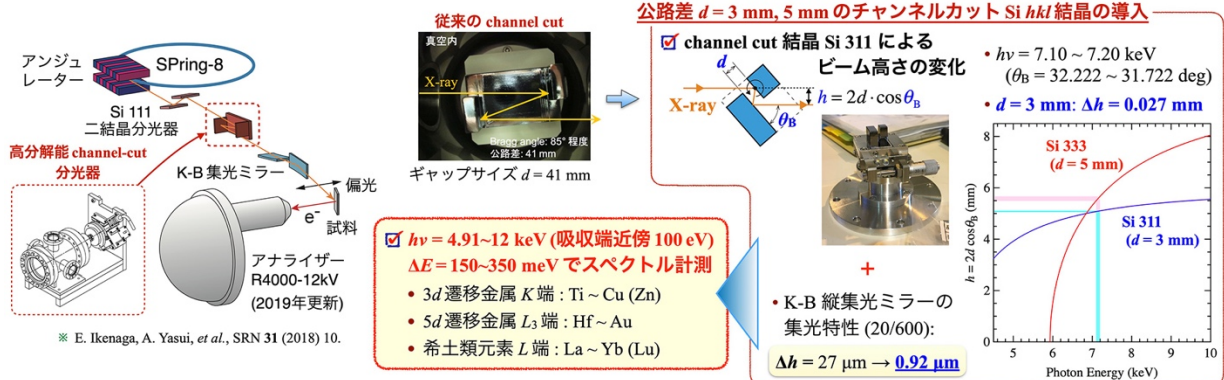
従来の高分解能チャンネルカット結晶 (ギャップサイズが $\sim 40$  mm と広い) は、エネルギー掃引に伴う試料上でのビーム照射位置の変化 (高さ変動) により光電子捕集効率が大きく変動し、共鳴 HAXPES スペクトルの励起エネルギー依存性を正確に観測することが困難であった。我々はこの問題を、ギャップサイ

ズ 5 mm の Si 333 および 3 mm の Si 311 チャンネルカット結晶を組み込むことで解決した (図 1)。例えば、ギャップサイズ 3 mm の Si 311 チャンネルカット結晶を用いて 7100-7200 eV のエネルギー掃引を行う場合、高さ変動はわずか  $27 \mu\text{m}$  である。さらに、K-B 縦集光ミラーの集光特性 (1/30) により、100 eV 掃引時の高さ変動は  $0.92 \mu\text{m}$  に抑えられる。以上により、4.91 $\sim$ 12 keV 領域において、特定の内殻元素吸収端の 100 eV の範囲にわたって光電子捕集効率を損なうことなく共鳴 HAXPES スペクトル計測が行える環境を整えた。これにより、大半の遷移金属元素や希土類元素に対して安定的に共鳴 HAXPES 計測が行えるようになった。

さらに我々PUは、2個の Si 311 チャンネルカット結晶によるダブルチャンネルカット分光器 (DCCM) 機構のテストを実施した。BL09XU 常設の K-B 集光ミラーの高さ駆動範囲に限界があり、DCCM 光を集光することができなかつたため、実用には至らなかったが、DCCM を利用したエネルギー掃引に関する知見など、BL09XU のビームライン改修に対してフィードバックできるデータを提供するに至った。

さらに、単素子 X 線検出器を光電子分光装置の測定槽に設置し、立ち上げ作業を行った。蛍光エネルギーのキャリブレーションおよび蛍光収量シグナルの飽和問題を解決できたことで、蛍光収量による XAS の観測が可能になった。加えて、K-B 集光ミラーの下流側にカプトン散乱体を設置し、共鳴 HAXPES 計測中にリアルタイムで入射光強度 ( $I_0$ ) モニタリングを可能にした。

また、共鳴 HAXPES スペクトルの解析において問題となっていた、異なるエネルギー間での光電子放出



強度の規格化方法について検討を行い、解決策を得た。様々な計測および解析を行った結果、 $I_0$ による規格化に加えて、一連の共鳴 HAXPES スペクトルのベースライン強度で規格化できることを突き止めた。そこで、GUI ベースの解析用マクロを作成し、共鳴 HAXPES 計測中に解析ができる環境を構築した (図 2)。このマクロは、データの読み込みからスペクトル強度の規格化、特定ピークの励起エネルギー依存性である定始状態 (CIS) スペクトル描画までを瞬時に行うことができる。これによりユーザーは、正常な共鳴 HAXPES 計測ができていないかをリアルタイムでチェック可能である。本高度化は、ユーザーが実験に集中できる環境を提供できることは勿論、生産性の向上という点においても非常に意義は高く、実際に本マクロを利用したユーザーから高評価を受けた。

我々PU の理論解析グループは、計算コードの提供に向けた整備を行った。これまで、HAXPES、XES、XAS のスペクトル解析に対して実績があるコードについて公開に向けて再整備・パッケージ化を行い、さらに計算の高速化を目指したコードの見直しを行ってきた。GUI ベースでパラメータセットからスペクトル描画ができるソフトウェアを構築し、現在、最終段階として BL09XU にてコードを公開する準備を進めている。

以上のように、我々PU は、複合計測・解析と同時に理論計算までが一つのビームラインで完結する世界に類を見ない環境を構築した。

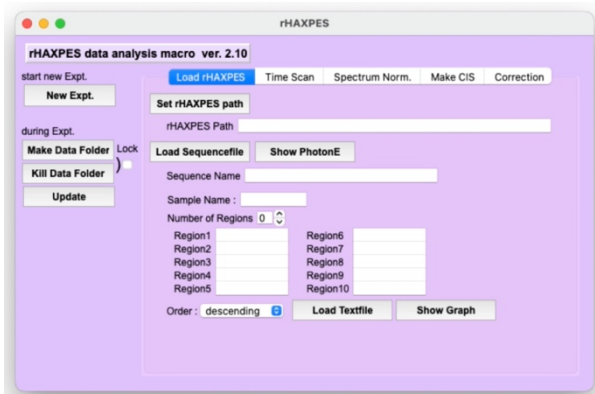


図 2 共鳴 HAXPES 解析マクロのフロントパネル。上部の各タブは、用途に応じて“共鳴 HAXPES および  $I_0$  のデータ読み込み・描画”、“スペクトルの規格化”、“CIS 抽出”、“エネルギー校正”から構成されており、ユーザーは容易かつ迅速にその場解析を行うことができる。

### 3. 研究成果

先に述べたように、希土類 4f-5d 電子間のクーロン斥力 ( $U_{fd}$ ) は、近年報告された価数揺らぎに起因した新奇量子臨界現象の鍵<sup>1)</sup>であり、その定量評価が急務である。そこで PU の利用実験では、高度化を行った共鳴 HAXPES 測定技術の実用化に向けて、種々の希土類化合物に対して希土類  $L_3$  吸収領域で共鳴 HAXPES 計測を行った。測定データとその理論解析を通して決定された物理パラメータ (希土類 4f - 伝導電子間の混成強度  $V_{cf}$ , 電荷移動エネルギー  $\Delta$ , 特に  $U_{fd}$ ) が、希土類化合物の価数揺らぎ・価数転移、特に量子臨界現象の発現に如何に関与しているのか、その物理的描像の解明を目指した。以下、成果の内いくつかを解説する。

#### 3.1. $\text{EuNi}_2(\text{Si}_{0.21}\text{Ge}_{0.79})_2$ の共鳴 HAXPES

##### - 温度誘起価数転移における $U_{fd}$ の効果 -

$\text{EuNi}_2(\text{Si}_{0.21}\text{Ge}_{0.79})_2$  は、価数転移温度  $T_v = 84 \text{ K}$  で一次の温度誘起価数転移を示す<sup>2)</sup>。価数揺らぎに起因する量子臨界現象を説明する理論によると、一次の価数転移は、 $U_{fd}$  の変化に伴い、系の状態が  $U_{fd} - \epsilon_f - T$  からなる相図上の一次の価数転移面を通過することで生じる ( $\epsilon_f$  は裸の 4f 準位、 $T$  は温度)。そこで、 $\text{EuNi}_2(\text{Si}_{0.21}\text{Ge}_{0.79})_2$  の温度誘起価数転移における  $U_{fd}$  の効果を検証するため、 $T_v = 84 \text{ K}$  の上下 2 点 (20 K と 130 K) で Eu  $L_3$  吸収領域の  $3d_{5/2}$  内殻共鳴 HAXPES 計測を行った。図 3 に示すように、 $\text{Eu}^{2+}$  および  $\text{Eu}^{3+}$   $3d_{5/2}$  内殻成分は、明瞭な励起エネルギー依存性を示した。共鳴増大を視覚化するため、 $\text{Eu}^{2+}$  および  $\text{Eu}^{3+}$   $3d_{5/2}$  主ピークの光電子放出強度の励起エネルギー依存性である CIS スペクトルを抽出した。CIS スペクトルは、 $\text{Eu}^{2+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  成分共に励起エネルギーに対して Fano 型の共鳴増大を示す。また  $\text{Eu}^{2+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$   $L_3$  吸収端の違いに伴い、共鳴増大を示す励起エネルギーが異なることが確認された。このように、Eu 化合物に対する Eu  $L_3$  共鳴 HAXPES および CIS スペクトルの観測に世界に先駆けて成功した。

$V_{cf}$  が弱い極限では、共鳴 HAXPES 中の  $\text{Eu}^{2+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  状態の重心間のエネルギー差が  $|\Delta - U_{fc}|$ 、CIS の  $\text{Eu}^{2+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  間の閾値のエネルギー差が  $|\Delta - U_{fc} + U_{fd}|$  の情報を与え、これらの差分から  $U_{fd}$  を実験的に決定

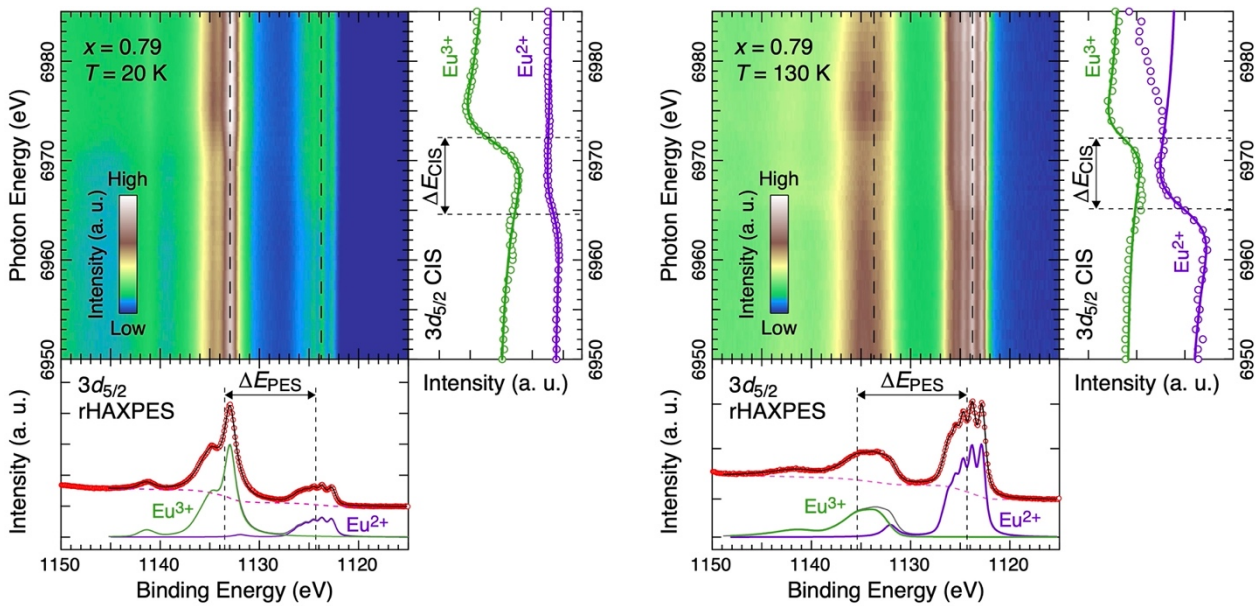


図3  $\text{EuNi}_2(\text{Si}_{0.21}\text{Ge}_{0.79})_2$  に対する  $\text{Eu L}_3$  吸収領域の  $3d_{5/2}$  内殻共鳴 HAXPES スペクトルの温度変化。  $\text{Eu}^{2+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  成分からそれぞれ CIS スペクトルが抽出される。HAXPES の各成分の重心間のエネルギー差および CIS 閾値間のエネルギー差から  $U_{\text{fd}}$  が実験的に決定される。

することができる ( $U_{\text{fc}}$  は内殻正孔ポテンシャル)。本研究では、 $\text{EuNi}_2(\text{Si}_{0.21}\text{Ge}_{0.79})_2$  の転移温度前後における  $U_{\text{fd}}$  を導出し、20 K と 130 K において、それぞれ  $U_{\text{fd}} = 2.18, 3.96$  eV と、転移の高温相において  $U_{\text{fd}}$  が増大することを明らかにした。この結果は、低温相から高温相に向けて  $U_{\text{fd}}$  が増大することで、一次転移の境界面を超えて価数状態が変化することを示唆しており、価数揺らぎに起因する量子臨界現象のモデルと矛盾しない。また、2 価優勢である高温相で  $U_{\text{fd}}$  が増大する事実は、Eu サイトの 5d 電子は転移の前後でほとんど増減しておらず、Eu の価数変化 (電荷移動) の担い手は、主に Ni, Si, Ge 価電子であると示唆される。

### 3.2. $\text{YbInCu}_4$ の共鳴 HAXPES

– 温度誘起価数転移における  $U_{\text{fd}}$  の効果 –

$\text{YbInCu}_4$  は、 $T_v = 42$  K で一次の温度誘起価数転移を示す Yb 系の中でも珍しい化合物である<sup>[4]</sup>。 $\text{YbInCu}_4$  に対して Yb  $L_3$  吸収領域で Yb 3d 共鳴 HAXPES 実験を行い、 $T_v = 42$  K をはさむ 70 K と 20 K で  $\text{Yb}^{2+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$   $3d_{5/2}$  成分の明瞭な共鳴現象を観測することに成功した。得られた Yb 3d 共鳴 HAXPES および CIS スペクトルを不純物アンダーソン模型に基づいた解析により再現することで、高温相の  $U_{\text{fd}} = 4.0$  eV から

低温相では  $U_{\text{fd}} = 3.0$  eV と  $U_{\text{fd}}$  が 1.0 eV 減少すること、すなわち  $U_{\text{fd}}$  が  $\text{YbInCu}_4$  の価数転移の駆動力であることを示唆する結果を得た。

### 3.3. $\text{YbRh}_2\text{Si}_2$ , $\text{YbCu}_2\text{Si}_2$ の共鳴 HAXPES

– 臨界価数揺らぎにおける  $U_{\text{fd}}$  の効果 –

Yb 系化合物の中でも価数揺らぎに起因した量子臨界点近傍に位置するとされる  $\text{YbRh}_2\text{Si}_2$ <sup>[5]</sup> および重い電子系である  $\text{YbCu}_2\text{Si}_2$ <sup>[6]</sup> に対して試料温度 20 K で Yb  $3d_{5/2}$  内殻共鳴 HAXPES 計測を行った。両試料の Yb 3d 共鳴 HAXPES スペクトルから抽出された  $\text{Yb}^{2+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$  CIS スペクトルは、Yb  $L_3$  吸収領域において明瞭な共鳴増大を示す。Yb 3d 共鳴 HAXPES 中の  $\text{Yb}^{2+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$  状態の重心間のエネルギー差および CIS の  $\text{Yb}^{2+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$  間の閾値のエネルギー差から  $U_{\text{fd}}$  を実験的に評価したところ、 $\text{YbRh}_2\text{Si}_2$  の  $U_{\text{fd}}$  は  $\text{YbCu}_2\text{Si}_2$  と比較して 0.37 eV 大きいことがわかった。 $\text{YbCu}_2\text{Si}_2$  と  $\text{YbRh}_2\text{Si}_2$  間の  $U_{\text{fd}}$  の差は、価数揺らぎに起因した量子臨界現象を説明する拡張周期アンダーソン模型から予測される結果と矛盾しない。つまり、この結果は臨界価数揺らぎの理論における  $U_{\text{fd}}$  の重要性を実験的に裏付けたものであると言える。

$\text{YbCu}_2\text{Si}_2$  で注目すべき点は、Yb  $3d_{5/2}$  内殻スペクト

ルが共鳴増大を示すと同時に、価電子帯の 4f 成分が共鳴増大を示す点である。この事実は、L<sub>3</sub> 吸収 (Yb 2p<sub>3/2</sub> → 5d 吸収) 過程において 5d 軌道へ吸収された電子と 4f 電子間で相互作用が働くことを示す決定的な証拠に他ならない。つまり、共鳴 HAXPES 計測技術が我々の予想通り希土類化合物の U<sub>fd</sub> を実験的に明らかにできることを示す結果であり、分光学的見地から見ても興味深い成果であると考えられる。

### 3.4. CeCu<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub>, CeCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, CeRu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> の共鳴 HAXPES – 従来型の量子臨界現象における U<sub>fd</sub> の効果 –

以前から注目されていた磁気揺らぎに起因する量子臨界現象として議論されている Ce 化合物 (CeCu<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub>: 近藤温度 T<sub>K</sub> ~ 5 K<sup>[7,8]</sup>, CeCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>: T<sub>K</sub> = 10 K<sup>[9,10]</sup> および CeRu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>: T<sub>K</sub> = 20 K<sup>[11]</sup>) における U<sub>fd</sub> の有用性を検証することを目的として、共鳴 HAXPES 実験を行った。共鳴 HAXPES スペクトル計測は、試料温度 20 K、入射 X 線のエネルギーを Ce L<sub>3</sub> 吸収端近

傍 (5695-5755 eV) として行った。

図 4 に示すように CeCu<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub>, CeCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, CeRu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> の Ce 3d スペクトルは、4f<sup>0</sup>, 4f<sup>1</sup>, 4f<sup>2</sup> 終状態に起因する 3 つの構造から構成される。各終状態の光電子放出強度の入射エネルギー依存性である CIS スペクトルには明瞭な共鳴増大が観測され、4f<sup>0</sup> および 4f<sup>1</sup> CIS スペクトルのピーク位置には顕著な試料依存性が観測された。Eu, Yb 化合物の共鳴 HAXPES や CIS と異なるのは、Ce 化合物の場合は、4f<sup>0</sup>, 4f<sup>1</sup>, 4f<sup>2</sup> 終状態に起因する共鳴構造が折り重なるため、単純な差分による U<sub>fd</sub> の評価が困難な点である。そこで、Ce 3d 共鳴 HAXPES および CIS スペクトルの入射エネルギー依存性を再現するため、不純物アンダーソン模型を基にした理論解析を行った。理論解析では、まず非共鳴の Ce 3d HAXPES の再現を行い、従来の電子状態解析と同様に、T<sub>K</sub> が大きくなるにつれて、V<sub>cf</sub> は大きくなり、裸の 4f 準位のエネルギー位置に等価である |Δ| が小さくなる傾向を得た。その上で、共鳴スペクトル

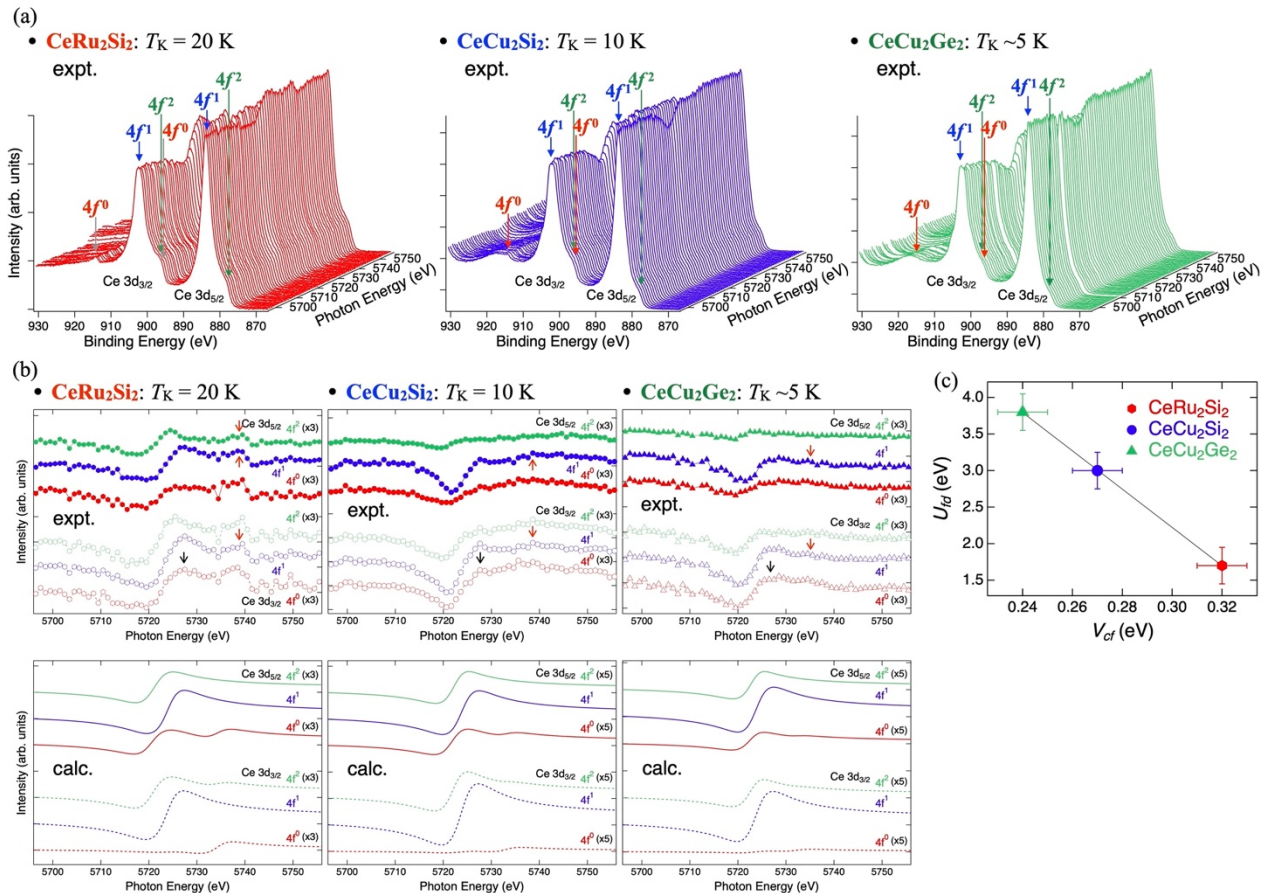


図 4 (a) CeRu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, CeCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, CeCu<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub> の Ce 3d 共鳴 HAXPES スペクトルの励起エネルギー依存性。(b) 共鳴 HAXPES 実験から得られた CIS スペクトルおよび不純物模型に基づく解析から再現された CIS スペクトル。(c) c-f 混成強度と U<sub>fd</sub> の関係。

の再現、すなわち  $U_{\text{eff}}$  の導出を行った。図 4(b) 下段の計算スペクトルを見ると、全試料における  $4f^0$ ,  $4f^1$ ,  $4f^2$  終状態の入射エネルギーに伴う共鳴増大は、 $V_{\text{eff}}$ 、 $\Delta$  に加えて  $U_{\text{eff}}$  を用いてよく説明されることがわかる。加えて  $U_{\text{eff}}$  の値が  $\text{CeCu}_2\text{Ge}_2$ ,  $\text{CeCu}_2\text{Si}_2$ ,  $\text{CeRu}_2\text{Si}_2$  の順に小さくなることを見出した。このことは、従来の磁気揺らぎに起因する量子臨界現象を理解する場合においても、 $U_{\text{eff}}$  を考慮して議論を行うべきことを示唆しており、希土類化合物が示す量子臨界現象の理解に一石を投じるものであるといえる。

#### 4. ユーザー支援

PU は、本計測（共鳴 HAXPES、共鳴 Auger）に興味を持つユーザーと密に連絡をとり、課題申請を促した結果、各期に数件ずつの利用者からの相談があり、実際に新規での課題申請を行っていただいた。BL09XU は全体的に課題申請数が多いこともあり、全てが採択された訳ではない。しかし、図 5 に示すように着実に共鳴 HAXPES 関連の採択課題数は増加している。

我々 PU が希土類化合物における  $U_{\text{eff}}$  の評価を念頭に置いていることもあり、希土類化合物の電子状態研究を主とする研究者からの申請が多い状況にあった。その様な中でも、触媒、遷移金属 5d 系のエレクトロニクス材料、金属材料を主たる研究テーマとする研究者・企業からの課題申請が複数件あったことは、本共鳴計測の裾野を広げられたことに他ならない。

共鳴 HAXPES、共鳴 Auger スペクトルの自動計測については、試料の真空槽導入、測定シーケンスファイルの作成から自動計測までのマニュアル、測定した

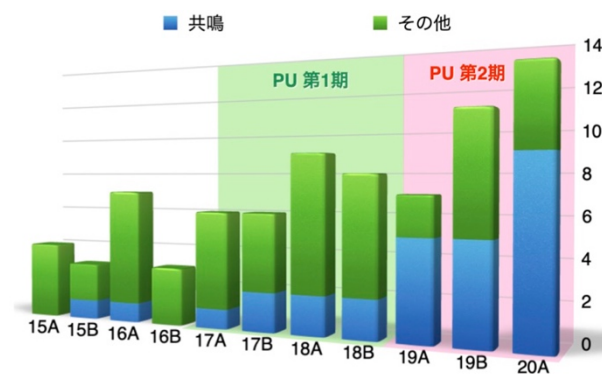


図 5 PU 期間中における共鳴 HAXPES 課題数の推移。特に PU 第 2 期の採択数が多いことがわかる。

スペクトルの解析マニュアルを作成し、ビームラインのユーザビリティ向上に貢献した。特に本実験に慣れていないユーザーに対しては、実際に現地にて試料導入から測定・解析までの一連の指導を行った。現地指導について、PU 代表が対応できない場合は、PU 代表の所属研究室学生が対応した。これらの技術的支援により、ユーザー実験時の技術的障壁を下げることに成功した。

我々 PU の理論解析グループによるスペクトル解析コードについては、提供までには至っていないが、公開に向けた整備が整ってきた状況である。PU 課題期間後とはなるが、コードを公開することで十分な利用者支援ができることは間違いないと考えている。

#### 5. 共鳴 HAXPES 計測の将来展望

本 PU 課題における BL09XU での共鳴 HAXPES の高度化を通して、希土類化合物が示す価数揺らぎによる量子臨界現象において重要な物理量である  $U_{\text{eff}}$  を定量的に評価できる環境が整えられた。共鳴 HAXPES に関連した招待講演数が 9 件（国際 2 件、国内 7 件）、国際会議における受賞が 3 件を数えた点は、本計測が強相関電子系の分野において国内外で注目されて高く評価されていることを意味する。

BL09XU は 2021A 期にアップグレードが施され、DCCM が実装された。これまで以上に安定的な励起エネルギー掃引ができることで、より精度が高い共鳴 HAXPES スペクトル計測が可能になった。これにより一層の共鳴 HAXPES の成果創出が拡大することが期待される。例えば、遷移金属を含む光触媒に対する共鳴 HAXPES 計測は、助触媒と光触媒間の電荷移動を定量化できるため、触媒機構の機能解明や更なる高効率触媒の合成に繋がると期待される。また、遷移金属や希土類元素を含む機能性材料の機能解明に対しても、共鳴 HAXPES 計測が有用であると期待される。

現在、最終公開に向けて準備中である理論解析ソフトウェアが BL09XU に公開されれば、非常にインパクトのあるビームラインになると期待する。理論解析プログラムを所有するビームラインは非常に貴重な存在になるであろう。今後、BL09XU で共鳴 HAXPES 計測が活発に行われることを期待する。

参考文献

- [1] S. Watanabe and K. Miyake: *Phys. Rev. Lett.* **105** (2010) 186403.
- [2] H. Ogasawara *et al.*: *Phys. Rev. B* **62** (2000) 7970.
- [3] H. Wada *et al.*: *J. Phys.: Condens. Matter* **9** (1997) 7913.
- [4] I. Felner and I. Nowik: *Phys. Rev. B* **33** (1986) 617.
- [5] O. Trovarelli *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* **85** (2000) 626.
- [6] N. D. Dung *et al.*: *J. Phys. Soc. Jpn.* **78** (2009) 024712.
- [7] F. R. de Boer *et al.*: *J. Magn. Magn. Mater.* **63&64** (1987) 91.
- [8] D. Jaccard *et al.*: *Phys. Lett. A* **163** (1992) 475.
- [9] F. Steglich *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* **43** (1979) 1892.
- [10] A. Severing *et al.*: *Phys. Rev. B* **39** (1989) 4164.
- [11] J. D. Thompson *et al.*: *Solid State Commun.* **56** (1985) 169.

(3) 成果リスト (査読付き論文)

SPring-8 利用研究成果登録データベースに登録済みで、PU 課題番号が関連づけられた査読付き論文のみを掲載します (その他、PU として支援した一般課題の発表論文やポスター発表、受賞歴など多数の成果がありますが、掲載スペースの都合上割愛しています)。

- [1] SPring-8 Publication ID = 36462  
E. Ikenaga *et al.*: “Hard X-ray Photoemission Spectroscopy at Two Public Beamlines of SPring-8: Current Status and Ongoing Developments” *Synchrotron Radiation News* **31** (2018) 10-15.
- [2] SPring-8 Publication ID = 39662  
K. Maeda *et al.*: “Yb  $L_3$  Resonant Hard X-Ray Photoemission Spectroscopy of Valence Transition Compound YbInCu<sub>4</sub>” *JPS Conference Proceedings* **30** (2020) 011137.

三村 功次郎 MIMURA Kojiro

大阪公立大学 大学院工学研究科  
〒599-8531 大阪府堺市中区学園町 1-1  
TEL : 072-254-9367  
e-mail : k.mimura@omu.ac.jp

魚住 孝幸 UOZUMI Takayuki

大阪公立大学 大学院工学研究科  
〒599-8531 大阪府堺市中区学園町 1-1  
TEL : 072-254-9365  
e-mail : uozumi@omu.ac.jp

保井 晃 YASUI Akira

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : a-yasui@spring8.or.jp

河村 直己 KAWAMURA Naomi

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : naochan@spring8.or.jp

雀部 矩正 SASABE Norimasa

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : sasabe@spring8.or.jp

水牧 仁一朗 MIZUMAKI Masaichiro

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : mizumaki@spring8.or.jp

筒井 智嗣 TSUTSUI Satoshi

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : satoshi@spring8.or.jp

池永 英司 IKENAGA Eiji

名古屋大学 未来材料・システム研究所  
〒464-8601 愛知県名古屋市千種区不老町  
TEL : 052-789-5893  
e-mail : ikenaga@imass.nagoya-u.ac.jp

佐藤 仁 SATO Hitoshi

広島大学 放射光科学研究センター  
〒739-0046 広島県東広島市鏡山 2-313  
TEL : 082-424-6293  
e-mail : jinjin@hiroshima-u.ac.jp

光田 暁弘 MITSUDA Akihiro

九州大学 理学研究院  
〒819-0395 福岡県福岡市西区元岡 744  
TEL : 092-802-4074  
e-mail : 3da@phys.kyushu-u.ac.jp

大原 繁男 OHARA Shigeo

名古屋工業大学 大学院工学研究科  
〒466-8555 愛知県名古屋市昭和区御器所町  
TEL : 052-735-5156  
e-mail : ohara@nitech.ac.jp

## 2017 年度指定パートナーユーザー活動報告

## 超高压高温ダイヤモンドセル実験の新展開

東京工業大学 地球生命研究所  
 東京大学 理学系研究科地球惑星科学専攻  
 廣瀬 敬

(1)

指定時PU 課題番号/ビームライン	2017A0072/BL10XU								
PU 氏名 (所属)	廣瀬 敬 (東京工業大学)								
研究テーマ	超高压高温ダイヤモンドセル実験の新展開								
高度化	極限環境下における X 線回折複合計測技術の高度化								
利用研究支援	当該装置を用いた利用実験の支援								
利用期	17A	17B	18A	18B	19A	19B	20A	21A	合計
PU 課題実施シフト数	33.75	47.5	45	47	44.75	47	50.875	42	357.875
支援課題数	16	22	21	14	11	0	0	0	84

(2) PU 活動概要

## 1) 高度化への協力

## ① 新型アンジュレータの導入

今回の高度化の目玉である新型アンジュレータは、2018 年度中に入れ替えを終え、2019A 期から利用を開始した。以来、X 線ビームの位置や強度が安定化し、効率よくビームタイムが利用できるようになった。

さらに、新型アンジュレータの導入に合わせ、高解像度 3 次元イメージングシステムの導入・開発を開始した。試料を回転させながら数千枚の画像取得を実施し、ラミノグラフィ解析を行って、試料の 3 次元画像構築を実現した。すでに分解能 300 nm 程度の鮮明な透過像の撮影に成功している。より鮮明な立体像解析を行うために、現在は拡大率を 100 倍に上げる改良をしつつある。また XAFS 測定の計測基盤技術について検討し、Spring-8 における超高压高温下における鉄を含むいくつかの試料の XAFS 測定について新たな知見を共有した。

## ② レーザー加熱光学系の改良

今回のレーザー加熱システムの高度化に関しては、まず、DAC (ダイヤモンドアンビルセル) 中で加熱さ

れた試料の輻射温度を測定するための CCD と分光器を最新型のものに交換した。従来、温度測定は数秒に一度程度に限られていたが、約 10-100 msec での繰り返し温度計測が可能になった。これにより、XRD データを取得した際の試料温度を、時間差なく測定できるようになった。特に、融解温度のより正確な決定が可能になった。また、融解中の温度変化も詳細に追えるようになり、融解組織の解釈も容易になった。

さらに今回は、レーザーによる均一な加熱の実現を目指した改良を行った。ビームライン担当者と共同で、レーザー加熱光学系の設計、および加熱試験を繰り返し、今回 pi シェイパとエキスパンダを組み合わせた新規のレーザーホモジナイズシステムの構築を行った。従来の光学系を用いた場合、X 線径内部で 10%以上の温度勾配が生じていたが、最大 100  $\mu\text{m}$  の加熱領域内の温度勾配を 5%以下に抑えることに成功した。これにより、地球深部のマグマやコアの液体金属の密度および構造観察が精度良く行えるようになった。また、液体試料の全溶融状態を長時間維持することが可能になり、XRD ハローシグナルを使った密度測定の精度も向上した他、物性値の温度依存性導出についても精度が良くなった。

## 2) 高度化に関連する利用実験

### ①高圧下における液体の密度決定

液体の高圧実験は固体のそれに比べてはるかに難しい。コアの軽元素を直接制約するには、まずは観測値である液体コアの密度と液体鉄・鉄合金の比較である。これまで高圧下で液体の密度の精密測定は困難とされていた。しかしわれわれは、液体からの XRD ハローシグナルから動径分布関数を得るための新しい解析法を開発し、116 GPa (万気圧)・4350 K まで、液体鉄の密度を誤差 1% 以下で決定することに成功した [Kuwayama et al., 2020 PRL]。実験温度に大きな不確定性がある衝撃圧縮実験を除くと、驚くべきことに、これが高圧下の液体鉄の密度を決めた最初の論文である。さらには BL43LXU にて非弾性散乱測定を行って 45 GPa までの圧力下で液体純鉄の縦波速度決定にも成功したことにより、より精度の良い、圧力-温度-密度-縦波速度-グルナイゼン係数の関係式を構築することができた (図 1)。

これまで、地球の外核 (液体コア) の密度は、液体鉄に比べて、およそ 10% 程度軽いとされてきた。今回の結果は、どの深さでも一様に 7.5% 軽いことを示す。どの深さでも純鉄との差が変わらないことは、コアの液体の圧縮率は純鉄と変わらないことを意味している。また、液体コアと固体コアの密度差はその境界において約 5% とされているが、そのうち液体と固体の違いに由来する密度差はおよそ半分であることも明らかになった。これら 2 つの新しい結果は、長い間謎とされ地球科学の第一級の問題である、コアの化学組

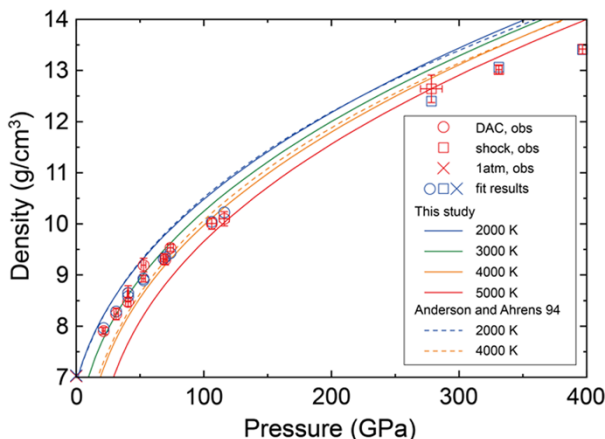


図 1 各圧力温度における液体鉄の密度。Kuwayama et al. (2020) より引用。Copyright 2020 by The American Physical Society

成 (鉄とニッケル以外の軽元素の種類と量) に極めて重要な制約をかけることができる。

### ②地球深部物質の熱伝導率の精密決定

以前われわれは金属鉄の熱伝導率が従来の 3 倍以上高いことを示した [Ohta et al., 2016 Nature]。一方同時に、Konôpková et al. [2016 Nature] は従来と同レベルの値を報告した。この違いを検証すべく、本 PU 課題では、まず熱伝導率の結晶方位依存性を明らかにした [Ohta et al., 2018 Frontiers in Earth Science]。その結果、結晶方位によって熱伝導率が 3 倍程度異なることを示し、両者の違いにはそれが原因となっている可能性を示した。同時に、結晶方位がランダムな場合、やはり従来の推定値よりも十分に大きな伝導率を持つことを示した。

また、地球コアは純粋な鉄ではないことから、熱伝導率を下げる不純物の効果を見積もることが重要である。金属鉄中のケイ素と硫黄についてはすでに不純物抵抗が決定されていたものの、コアの軽元素として大きな注目を集めつつある水素の不純物抵抗については、これまで全くわかっていなかった。そこで本 PU 課題では、鉄-水素合金の不純物抵抗を決定し、その効果は他の軽元素に比べてかなり小さいこと、つまりコアが鉄-水素合金であれば熱伝導率が高いことを明らかにした [Ohta et al., 2019 Comptes Rendus Geoscience]。

さらに、これらの測定で観察された高い熱伝導率 (低い電気伝導率) は、レーザーで加熱した試料中の温度勾配が原因になっているのではないか (実は低温の場所の電気伝導率を測定しているのではないか) という可能性が他のグループによって指摘された。そのような温度勾配の問題を解決するため、われわれはレーザー加熱の代わりに抵抗加熱式 DAC (鉄試料に直

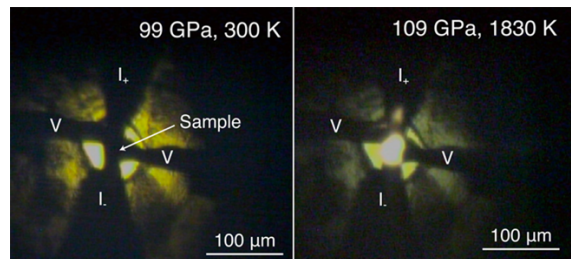


図 2 四端子法を用いた高圧下室温 (左) と高温 (右) における Fe-Si 合金の電気抵抗測定。Inoue et al. (2020) より引用。



接電気を流して発熱させる、レーザー加熱よりも試料温度の空間的・時間的変化がずっと小さい(図2)を使って Fe-Si 合金の高い熱伝導率(低い電気伝導率)を確認した [Inoue et al., 2020 EPSL]。

加えて、上記の結果はほぼすべて、固体鉄の熱伝導率(電気伝導率)を測定したものであり、地球コアに適用するには固体と液体の伝導率の違いについて議論する必要があった。しかし、鉄が融解するとほぼ同時に試料形状が変化してしまうため、液体鉄の測定は困難であった。そこでわれわれは、単結晶アルミナに FIB で溝を作った箇所へ同じ形の鉄箔を詰めることにより変形を防ぐ [Suehiro, 2019 PhD thesis]、さらには最近導入された極短時間繰り返し XRD パターンの取得(1000 枚/秒)が可能で CdTe X 線検出器を使って融解直後(試料変形前)の伝導率を得ることができた [Ohta et al., submitted]。

これらすべての結果は、地球コアの熱伝導率は従来の推定値の数倍高いこと、コアは初期地球から現在までに 1000 度程度冷却していること、内核の誕生は地球史において比較的最近であること(約 6 億年前)を示す。本 PU 開始前の成果も含め、本グループの代表的な成果となった [Ohta and Hirose, 2020 Nat. Sci. Rev.]。

### ③高圧下における XAFS 測定

これまで 9 keV 程度までしか出力できなかったアンジュレータを、6.5 keV まで出力できるアンジュレータに新調したため、鉄の K 吸収端の測定が可能になった。ただし、DAC 中で高圧下にある試料を測定する場合、鉄の K 吸収端は 7.1 keV 程度とエネルギーが低く、ダイヤモンドによって X 線のほとんどが吸収されてしまうため、XAFS 測定は困難であるとされていた。そこで、低エネルギーの X 線に対しても透明性の高いガasketの開発および測定手法に合わせた DAC の形状の最適化を行い、ダイヤモンドに X 線を通さない高圧下その場 XAFS 測定手法を BL10XU で確立した。これを使って、Fe、Nb、W の XAFS スペクトルを得た。その手法は、その後の BL37XU や BL39XU での測定にも活用されている。

### ④地球深部物質の融解曲線の決定

地球コアの温度の推定値には現状 2000 度もの幅が

ある。鉄の高圧下における融解温度は、液体と固体の鉄合金が接する内核-外核境界の温度を推定する際のリファレンスとして極めて重要である。しかしながら、過去の研究において、内核-外核境界の圧力における鉄の融解温度にも 1000 度以上の大きな不一致が見られる。不一致の大きな原因として挙げられているのが、レーザー加熱による試料温度の時間的・空間的不均質である。そこで本 PU 課題では、試料である鉄をヒーターにした新たな抵抗加熱式 DAC 実験により、鉄箔の抵抗値や発熱効率の変化を使って、鉄の融解曲線を静的圧縮実験としては過去最高の 290 GPa まで決定することに成功した(図3) [Sinmyo et al., 2019 EPSL]。330 GPa の内核-外核境界圧力までほとんど外挿が必要ないことから、これは信頼性の高い結果と言える。

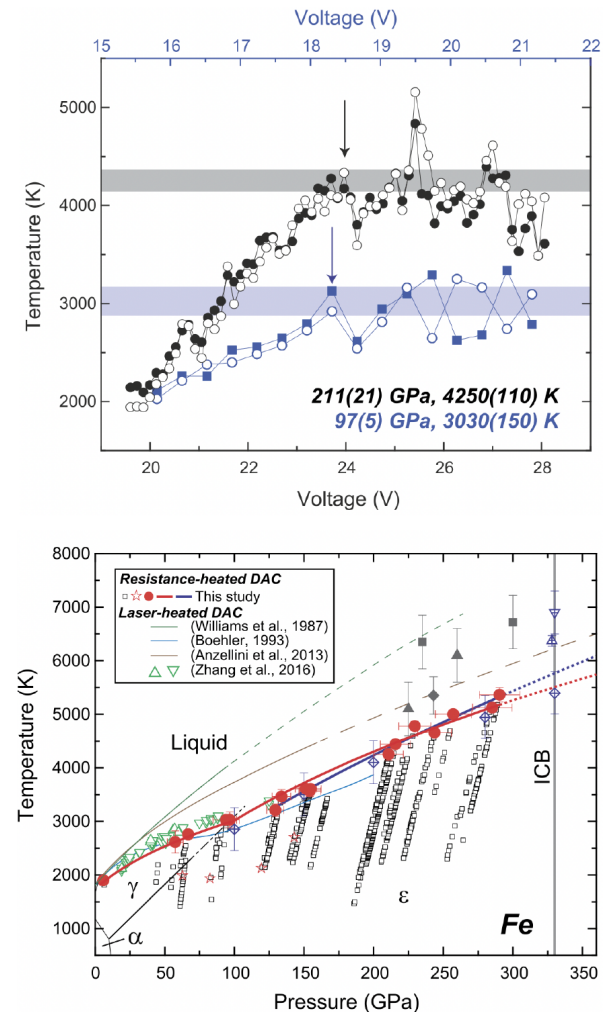


図3 (上) 鉄箔にかけた電圧と温度の関係を用いた融解温度決定(矢印)。(下) 本測定でコア深部圧力まで決定された鉄の融解曲線(赤)。共に Sinmyo et al. (2019)より引用。

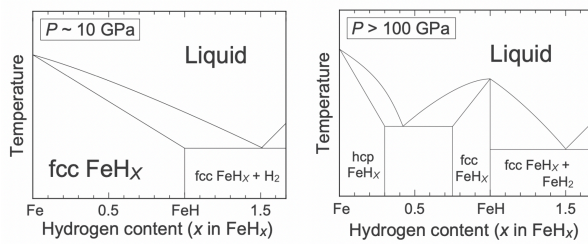


図4 Fe-FeH系の状態図。Tagawa et al. (2022)より引用。Copyright 2020 American Geophysical Union

さらに特筆すべき成果として、FeH合金の高圧下の融解温度（融解曲線）を初めて決定することもできた [Tagawa et al., 2022 JGR Solid Earth]。従来、FeとFeHの間は連続固溶体であるとされてきた（図4左）。しかし今回、FeH端成分の融解温度が、FeとFeHの間の合金の融け始め温度よりも高いことから、Fe-FeH系がコアの圧力下では共融系であること（図4右）を初めて明らかにした。次のセクションで詳細に述べるように、水素はコアの主要な軽元素として近年大きく注目を浴びつつある。コア中に含まれる水素の最大量を理解する、さらにはコアの軽元素組成を決定する上で、Fe-FeH系の状態図は極めて重要である。

⑤ コアの結晶化と軽元素組成の制約

コアの化学組成（Ni以外の不純物である、原子番号の小さな軽元素の種類と量）は70年間に渡る地球科学の大問題である。本PU課題では、軽元素の候補の1つでありながら、つい最近まで大きく注目されていなかった水素に着目し（図5に、それぞれのコアの軽元素候補につき、それを支持する論文の積算数を示す Hirose et al., 2013 Ann. Rev.より）、一連の実験を行った。

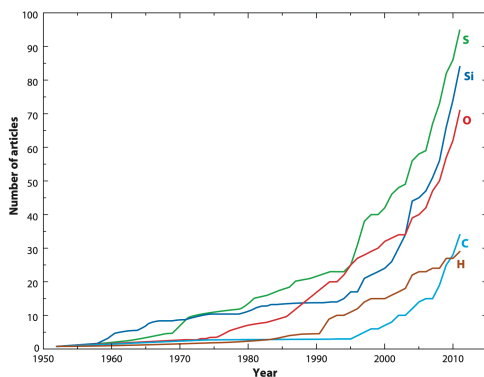


図5 コアの主要な軽元素の候補とそれぞれを支持する論文の積算数。Hirose et al. (2013)より引用。

まず、コア-マントル（金属鉄-シリケートメルト）間の水素の分配実験を行った [Tagawa et al., 2021 Nat. Commun.]。その結果（図6上）、従来の実験結果（+や×以外のシンボル）に比べて、われわれの結果（赤丸）は分配係数が大きい（コアに水素が行きやすい）ことがわかった（+と×は理論計算結果）。水素は低圧下では金属鉄から抜けてしまうため、それを考慮していない過去の実験は低い値を示す。マントル中の水と海水を加えた値に、コアが形成された高压高温条件での分配係数を掛け算することにより、コアには0.3-0.6 wt%の大量の水素（海水中の水素の40-70倍に相当）が含まれていると推定できる（原子比にして、鉄の1/6から1/3）（図6下）。これはコアと純鉄の密度差の3割から6割を説明する。

次に、水素以外の有力な、揮発性のコアの軽元素である、炭素と硫黄についても同様の実験を行った。その結果、水素が存在している場合、特に炭素のコア/マ

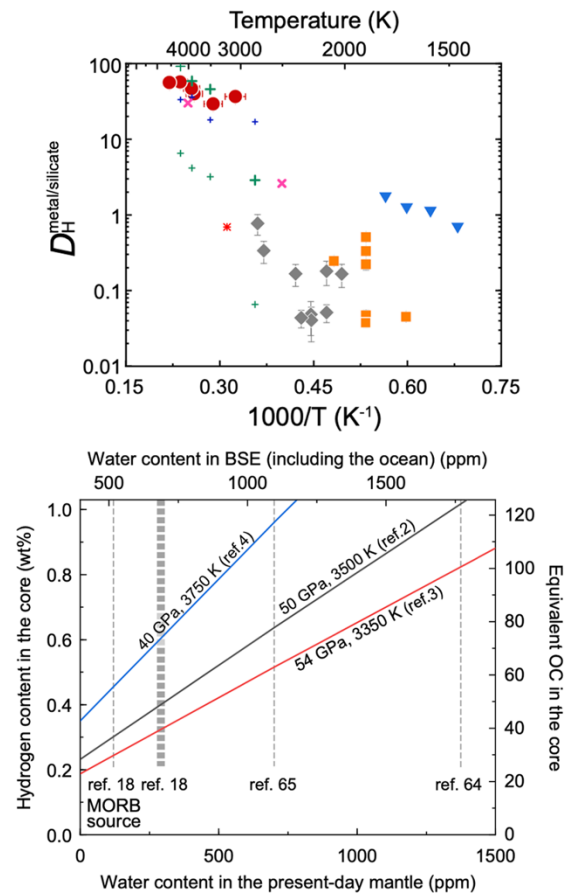


図6 (上) 金属鉄-シリケートメルト間の水素の分配係数。(下) 現在のマントル中の含水量の推定値とそれらから計算されるコア中の水素濃度。共に Tagawa et al. (2021)より引用。

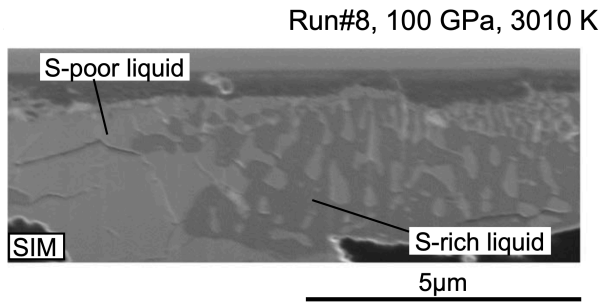


図7 高圧高温実験の回収試料の走査イオン顕微鏡像。硫黄に富む液体鉄（暗い灰色）と水素に富む液体鉄（明るい灰色）が分離している。Yokoo et al. (2022)より引用。

ントル間の分配係数が大きく下がること became clear. In other words, when hydrogen enters the core, it becomes difficult for carbon to enter. This fact, that carbon is only slightly contained in the core, indicates a very important result [Tsutsumi et al., in prep.] .

さらに、水素と硫黄の両方が存在する場合の液体鉄の観察を高圧下で行ったところ、水と油のように2つに液体が分離してしまうこと（液体不混和）が観察された（図7） [Yokoo et al., 2022 Nat. Commun.]。すなわち、コアに水素が多く含まれている場合、硫黄も少量であることがわかる。

つまり、われわれのコア-マントル間の分配実験の結果が示すように、水素が重要な軽元素だとすると、残りは酸素とケイ素ということになる。そこで次に、内核の結晶化を理解するために、Fe-H-Si系（図8上） [Hikosaka et al., 2022 Sci. Rep.] と Fe-H-O系（図8下） [Oka et al., 2022 GRL] の融解実験を行い、リキダス相関係を明らかにした。2つの図のFe頂点に近いエリア（Feとラベルされた部分）の液体組成が、軽元素に乏しい内核を結晶化させることが可能である。これらの実験は比較的低い圧力下で行われたに過ぎないが、これらはFe-Si系 [Hasegawa et al., 2021 GRL]、Fe-O系 [Oka et al., 2019 AmMin] の超高压までの実験結果、さらには上述のFeHの融解曲線 [Tagawa et al., 2022 JGR Solid Earth] によって、高压へ外挿することができる。そうして得られる状態図は、水素を含む液体コア組成の可能な範囲を制約する。

以上の水素を含む鉄合金に関する一連の実験結果から、コア中の水素量、さらには他の4つの軽元素の組成が狭い範囲に制約されつつある [Hirose et al.,

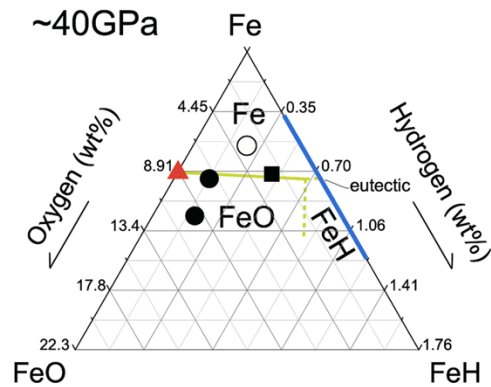
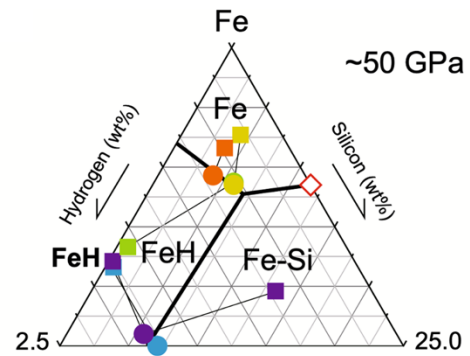


図8 高圧下におけるFe-Si-H系(上)とFe-O-H系(下)のリキダス相関係。地球の液体コアの組成はFeの領域内にある必要がある。シンボルは実験点。Hikosaka et al. (2022) (上) と Oka et al. (2022) (下、Copyright 2020 American Geophysical Union) より引用。

2021 Nat. Rev. Earth & Environ.]。この研究テーマは、申請者の新しい科研費のプロジェクト、特別推進研究「超高压実験による地球コアの軽元素組成の解明」（令和3年度～7年度）の研究目的として引き継がれ、研究が継続されている。

### 3) 高度化に関連する利用者支援

今回の高度化の目玉である、新型アンジュレータの導入によるX線ビームの安定化については、BL10XUのすべてのユーザーが限られたビームタイムを有効に使うことに大きく貢献している。また前述のように、特に微小径X線を使うユーザーや、X線の透過率測定を行うユーザーには特にメリットが大きいはずである。現場におけるユーザー支援については、レーザー加熱システムの調整を随時行った。

加えて、今回の新型アンジュレータの導入はSPring-8-IIへの移行を見越したものである。他のビー

ムラインに先駆けて、新型アンジュレータの製作・運用をしたことにより、将来の SPring-8-II ユーザーに陰で貢献できた。SPring-8-II 改造後の BL10XU ユーザーは、数多くのアンジュレータ交換がなされる中で、既に BL10XU のアンジュレータは確保されているため、改造後早々に実験を開始することができるはずである。

### (3) 成果リスト (査読付き論文)

SPring-8 利用研究成果登録データベースに登録済みで、PU 課題番号が関連づけられた査読付き論文のみを掲載します (その他、PU として支援した一般課題の発表論文やポスター発表、受賞歴など多数の成果がありますが、掲載スペースの都合上割愛しています)。

- [1] SPring-8 Publication ID = 37086  
K. Ohta *et al.*: “An Experimental Examination of Thermal Conductivity Anisotropy in *hcp* Iron” *Frontiers in Earth Science* **6** (2018) 176.
- [2] SPring-8 Publication ID = 37909  
K. Ohta *et al.*: “Electrical Resistivity of *fcc* Phase Iron Hydrides at High Pressures and Temperatures” *Comptes Rendus Geoscience* **351** (2019) 147-153.
- [3] SPring-8 Publication ID = 39014  
S. Tateno *et al.*: “Fe<sub>2</sub>S: The Most Fe-Rich Iron Sulfide at the Earth’s Inner Core Pressures” *Geophysical Research Letters* **46** (2019) 11944-11949.
- [4] SPring-8 Publication ID = 39960  
H. Inoue *et al.*: “Resistivity Saturation of *hcp* Fe-Si Alloys in an Internally Heated Diamond Anvil Cell: A Key to Assessing the Earth’s Core Conductivity” *Earth and Planetary Science Letters* **543** (2020) 116357.
- [5] SPring-8 Publication ID = 40405  
Y. Kuwayama *et al.*: “Equation of State of Liquid Iron under Extreme Conditions” *Physical Review Letters* **124** (2020) 165701.
- [6] SPring-8 Publication ID = 41891  
S. Tagawa *et al.*: “Experimental Evidence for Hydrogen Incorporation into Earth’s Core” *Nature Communications* **12** (2021) 2588.
- [7] SPring-8 Publication ID = 41892  
K. Ohta *et al.*: “The Thermal Conductivity of the Earth’s Core and Implications for its Thermal and Compositional Evolution” *National Science Review* **8** (2020) nwaa303.
- [8] SPring-8 Publication ID = 41893  
Y. Okuda *et al.*: “Anomalous Compressibility in (Fe, Al)-bearing Bridgmanite: Implications for the Spin State of Iron” *Physics and Chemistry of Minerals* **47** (2020) 40.
- [9] SPring-8 Publication ID = 41894  
Y. Okuda *et al.*: “Thermal Conductivity of Fe-bearing Post-perovskite in the Earth’s Lowermost Mantle” *Earth and Planetary Science Letters* **547** (2020) 116466.
- [10] SPring-8 Publication ID = 41895  
S. Suehiro *et al.*: “High-temperature Electrical Resistivity Measurements of *hcp* Iron to Mbar Pressure in an Internally Resistive Heated Diamond Anvil Cell” *High Pressure Research* **39** (2019) 579-587.
- [11] SPring-8 Publication ID = 41896  
K. Hikosaka *et al.*: “The Stability of Fe<sub>5</sub>O<sub>6</sub> and Fe<sub>4</sub>O<sub>5</sub> at High Pressure and Temperature” *American Mineralogist* **104** (2019) 1356-1359.
- [12] SPring-8 Publication ID = 41897  
Y. Okuda *et al.*: “Effect of Spin Transition of Iron on the Thermal Conductivity of (Fe, Al)-bearing Bridgmanite” *Earth and Planetary Science Letters* **520** (2019) 188-198.
- [13] SPring-8 Publication ID = 41898  
K. Hirose *et al.*: “Hydrogen Limits Carbon in Liquid Iron” *Geophysical Research Letters* **46** (2019) 5190-5197.
- [14] SPring-8 Publication ID = 41899  
I. Mashino *et al.*: “Melting Experiments on the Fe-C Binary System up to 255 GPa: Constraints on the Carbon Content in the Earth’s Core” *Earth and Planetary Science Letters* **515** (2019) 135-144.
- [15] SPring-8 Publication ID = 41900  
M. Kusakabe *et al.*: “Melting Curve and Equation of State of β-Fe<sub>7</sub>N<sub>3</sub>: Nitrogen in the Core?” *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* **124** (2019) 3448-3457.
- [16] SPring-8 Publication ID = 41901  
R. Sinmyo *et al.*: “Melting Curve of Iron to 290 GPa Determined in a Resistance-heated Diamond-anvil Cell” *Earth and Planetary Science Letters* **510** (2019) 45-52.
- [17] SPring-8 Publication ID = 41902  
S. Tateno *et al.*: “Melting Experiments on Fe-Si-S Alloys to Core Pressures: Silicon in the Core?” *American Mineralogist* **103** (2018) 742-748.
- [18] SPring-8 Publication ID = 43536  
T. Wakamatsu *et al.*: “Compressional wave velocity for iron hydrides to 100 gigapascals via picosecond acoustics” *Physics and Chemistry of Minerals* **49** (2022) 17.

- [19] SPring-8 Publication ID = 43803  
S. Tagawa *et al.*: “High-pressure melting curve of FeH: implications for eutectic melting between Fe and non-magnetic FeH” *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* **127** (2022) e2022JB024365.
- [20] SPring-8 Publication ID = 43804  
K. Hikosaka *et al.*: “Melting phase relations in Fe-Si-H at high pressure and implications for Earth’s inner core crystallization” *Scientific Reports* **12** (2022) 10000.
- [21] SPring-8 Publication ID = 43805  
K. Oka *et al.*: “A cotunnite-type new high-pressure phase of Fe<sub>2</sub>S” *American Mineralogist* (2022).
- [22] SPring-8 Publication ID = 43806  
S. Tagawa *et al.*: “High-temperature equation of state of FeH: implications for hydrogen in Earth’s inner core” *Geophysical Research Letters* **49** (2022) e2021GL096260.
- [23] SPring-8 Publication ID = 43807  
S. Yokoo *et al.*: “Stratification in planetary cores by liquid immiscibility in Fe-S-H” *Nature Communications* **13** (2022) 644.
- [24] SPring-8 Publication ID = 43808  
Y. Kuwayama *et al.*: “Post-perovskite phase transition in the pyrolytic lowermost mantle: implications for ubiquitous occurrence of post-perovskite above CMB” *Geophysical Research Letters* **49** (2022) e2021GL096219.
- [25] SPring-8 Publication ID = 43809  
M. Hasegawa *et al.*: “Liquidus phase relations and solid-liquid partitioning in the Fe-Si-C system under core pressures” *Geophysical Research Letters* **48** (2021) e2021GL092681.
- [26] SPring-8 Publication ID = 43817  
K. Hirose *et al.*: “Light elements in the Earth’s core” *Nature Reviews Earth & Environment* **2** (2021) 645-658.
- [27] SPring-8 Publication ID = 44608  
K. Oka *et al.*: “Melting experiments on Fe-O-H and Fe-H: Evidence for eutectic melting in Fe-FeH and implications for hydrogen in the core” *Geophysical Research Letters* **49** (2022) e2022GL099420.

廣瀬 敬 *HIROSE Kei*

東京工業大学 地球生命研究所  
東京大学 理学系研究科地球惑星科学専攻  
〒113-0033 東京都文京区本郷 7-3-1  
TEL : 03-5841-4574  
e-mail : kei@eps.s.u-tokyo.ac.jp

## 2019 年度指定パートナーユーザー活動報告

## 大容量プレスを活用した動的地球深部科学の開拓

愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター  
河野 義生

(1)

指定時PU 課題番号/ビームライン	2019A0069/BL04B1				
PU 氏名 (所属)	河野 義生 (愛媛大学)				
研究テーマ	大容量プレスを活用した動的地球深部科学の開拓				
高度化	高圧下ダイナミクス測定に向けた時分割測定基盤の整備				
利用研究支援	当該装置を用いた利用実験の支援				
利用期	19A	19B	20A	21A	合計
PU 課題実施シフト数	44.875	47.5	51	42	185.375
支援課題数	4	4	1	1	10

## (2) PU 活動概要

## 1) 目的

BL04B1 ビームラインは最大荷重 1000 トンを超える大容量プレスを備える国内で唯一のビームラインであり、大容量プレスを活用した高圧地球科学の先端的研究を担ってきた。これまでの研究では、高圧高温下における鉱物の相転移、状態方程式、弾性波速度の測定などの「静的」な高圧実験により、地球深部の鉱物相や化学組成などの地球内部構造が解明されてきた。一方、地球内部におけるマントル対流や、プレートの沈み込み、それに伴う岩石の変形・破壊、また岩石の熔融や生成したマグマの輸送など、数多くの「動的」現象の理解が地球内部のダイナミクスを解明する上で重要である。特に、岩石の破壊に起因する地震の発生や、マグマの発生とその上昇による火山の噴火など、地球内部に端を発する自然災害のメカニズムの物質科学的理解は、地球内部科学のみでなく、社会的にも重要な課題である。このような「動的」地球科学現象を理解するためには、これまで行われてきた「静的」高圧実験とは異なる「動的」高圧実験の開拓が必要である。2 年間の本パートナーユーザー (PU) 課題では、大容量プレスを活用した動的地球深部科学の開拓に向けて、2-1) X 線回折測定、X 線イメージング測定

と超音波測定を組み合わせた複合測定の高度化、2-2) X 線その場観察実験と組み合わせた高圧変形・破壊実験の高度化と地震発生メカニズム研究の発展、2-3) 高圧下における液体の粘性率測定技術の高度化による地球内部のマグマ研究の発展、を目指した。

## 2) 高度化への協力と高度化に関連する利用実験

## 2-1) X 線回折測定、X 線イメージング測定と超音波測定を組み合わせた複合測定の高度化

X 線回折測定、X 線イメージング測定と超音波測定を組み合わせた複合測定は、これまで主に地球内部を構成する鉱物の状態方程式と弾性波速度の理解のために用いられ、地球内部の地震波速度構造データと組み合わせることにより、地球内部を構成する岩石種や化学組成の解明に貢献してきた。本 PU 課題では、この複合測定のさらなる高度化により、鉱物の相転移や岩石の熔融などの動的過程における弾性特性の変化を連続的かつ自動で測定することを目指した。本高度化のために、まず BL04B1 ビームラインの第一実験ハッチにおいて、フリッパースリットシステムの導入と、高圧プレス装置 (SPEED-1500) 直後に新たなカメラステージの設置を行った (図 1)。BL04B1 ビームラインの第一実験ハッチのこれまでのセットアップでは、

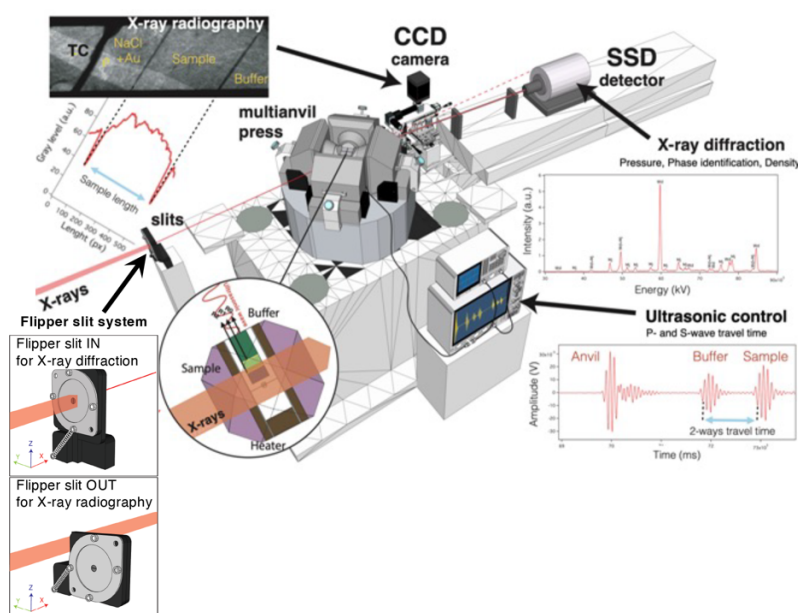


図1 BL04B1 ビームラインの第一実験ハッチにおける X 線回折測定、X 線イメージング測定、超音波測定の連続自動複合測定セットアップ。本 PU 課題により、プレス直後に固定の CCD カメラステージを設置し、さらに、X 線回折測定用の小さいビームサイズと X 線イメージング測定用の大きいビームサイズを切り替えるためのフリップスリットシステムを導入することにより、X 線回折、X 線イメージング、弾性波速度の複合測定を連続かつ自動で行うことが可能になった。

X 線回折測定と X 線イメージング測定の切り替えの際にカメラの出し入れが必要であり、その切り替え時間が大きな時間のロスとなるだけでなく、操作ミスを引き起こす要因となっていた。本 PU 課題による新しいカメラステージの設置により、それらの問題を解決し、測定切り替え時間の短縮だけでなく、ユーザーフレンドリーな複合実験を構築した。さらに、フリップスリットシステムにより、1 秒以下の短時間で X 線回折測定用の小さいビームサイズと X 線イメージング測定用の大きいビームサイズの切り替えを可能にした。これらの高度化により、X 線回折測定と X 線イメージング測定の切り替え時間を大幅に短縮し、これまで 1 測定点につき 20 分程度の長い時間が必要であった複合測定を、ほぼ X 線回折測定時間に相当する数分で行うことが可能となった。さらに、フリップスリットシステム、X 線回折測定用 Ge 検出器、X 線イメージング測定用カメラ、超音波測定用パルス発生器・オシロスコープの全ての機器を連続的に自動制御するプログラムの開発により、高圧下加熱時における X 線回折測定、X 線イメージング測定、超音波弾性波速度測定の複合測定を連続かつ自動で行うことに成功した<sup>[2]</sup>。

この新しく開発した連続自動複合測定システムを用いた実験の一例として、FeS を含むかんらん岩試料の高圧高温実験例を図 2 に示す。圧力約 15 GPa の高圧下において、温度約 750°C から約 1200°C までの加熱過程における連続的な X 線回折測定と超音波測定を行った。実験開始試料においては、ケイ酸塩鉱物としてかんらん石 (Ol) とその高圧相であるウォズリアイト (Wd) の両方が共存していた。高圧下での加熱過程において、かんらん石からウォズリアイトへの相転移が進行し、それに伴い弾性波伝搬時間が急激に低下する（すなわち、弾性波速度が急激に増加する）様子を連続的にその場観察することに成功した(図2)。さらに連続的な X 線回折測定により、かんらん石の X 線回折ピークは約 950°C で完全に消失したことが観察され、それに伴い弾性波伝搬時間も一定の値となっている。さらに、1025°C 以上の高温下においては試料中の FeS の溶融が開始し、FeS の X 線回折ピークが消失するとともに、弾性波伝搬時間の急激な増加（弾性波速度の急激な低下）を測定することに成功した。このように、本 PU 課題による高度化により、これまで調べることができなかった高圧高温下における鉱物の相転移や岩石中の溶融に伴う弾性波速度変化を

X線回折測定と合わせて測定することが可能になった。今後、本システムを用いた実験を進めることにより、地球内部における鉱物の相転移や溶融したマグマの影響による地震波速度異常の理解が大きく進展すると考えている。

さらに、連続自動複合測定システムを用いた他分野研究への応用のケーススタディーとして、金属ガラスの高圧高温下における弾性波速度測定を行った<sup>[2]</sup>。金属ガラスでは、高圧高温下において非晶質構造転移の存在が発見され、様々な組成の金属ガラスにおいて幅広い圧力温度条件下での非晶質構造転移とそれによる特性変化の可能性の探索が行われている。しかしながら、非晶質物質である金属ガラスの構造解析を高圧高温下で行うことは実験的に困難であり、さらに長時

間の測定が必要となるため、幅広い圧力温度条件下での金属ガラスの構造変化の理解はあまり進んでいない問題がある。本研究では、我々の過去の高圧高温構造解析研究 (Shibazaki *et al.*, 2020, *Communications Materials*, 1, 53) にて非晶質構造転移が報告されている  $Zr_{50}Cu_{40}Al_{10}$  金属ガラスについて、高圧高温下における連続自動弾性波速度測定を行うことにより、弾性波速度測定を用いた高圧高温下での非晶質構造転移の探索の可能性を調べた。その結果、圧力約 7-8 GPa の高圧下において、338°C のガラス転移における横波速度の変化と、472°C、552°C における  $Zr_{50}Cu_{40}Al_{10}$  金属ガラスの非晶質構造変化に伴う弾性波速度変化を捉えることに成功した<sup>[2]</sup>。すなわち、この連続自動弾性波速度測定手法を用いることにより、非晶質構造測定よりも簡便に幅広い圧力温度範囲における非晶質構造転移を調べることができると考えられ、高圧高温下における非晶質材料の構造転移の探索や、その物性変化の研究などにも貢献する技術であると考えている。

## 2-2) X線その場観察実験と組み合わせた高圧変形・破壊実験の高度化と地震発生メカニズム研究の発展

地震発生メカニズムの物質科学的理解は、地球科学のみでなく、社会的にも重要な課題である。地震をもたらす断層の形成は、地球内部の高圧下において発生する脆性破壊に起因するため、地震発生メカニズムの理解には高圧下における岩石の変形・破壊過程のその場観察実験が重要となる。しかしながら、これまで BL04B1 ビームラインで行われてきた CCD 2次元検出器を用いた高圧下その場 X線回折測定では、高圧下での差応力測定に 300 秒以上の長い測定時間を要するため、数 10 秒以下の短時間で進行する破壊の素過程 (マイクロクラックの形成や伝播、断層の不安定すべり、など) をその場観察することは困難であった。

そこで本 PU 課題において、Advacam 社の CdTe 2次元検出器 WidePix 5x5 を BL04B1 ビームラインの第二実験ハッチに導入し (図 3)、高圧変形実験と組み合わせた X線その場観察の時分割測定の高度化を推進した。岩石試料が破る応力と歪の時間変遷データが変形や破壊のメカニズムを理解する上での基礎データとなるため、岩石変形・破壊実験では 2次元 X線回折測定 (応力測定用) と X線イメージング測定

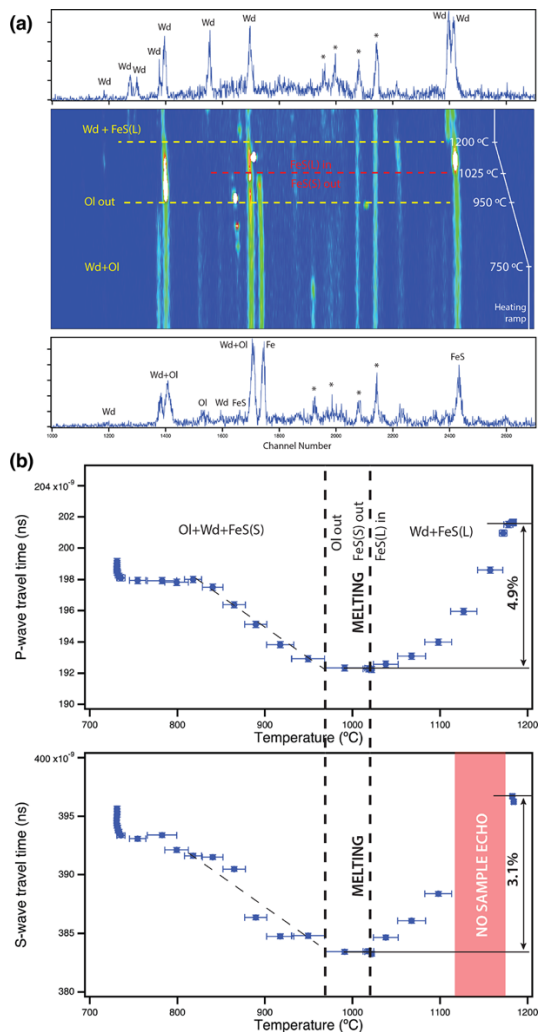


図 2 高圧高温下その場におけるかんらん石 (Ol) -オゾリアイト (Wd) 相転移と FeS の溶融に伴う X線回折パターン、弾性波伝搬時間の変化の連続複合測定の例。



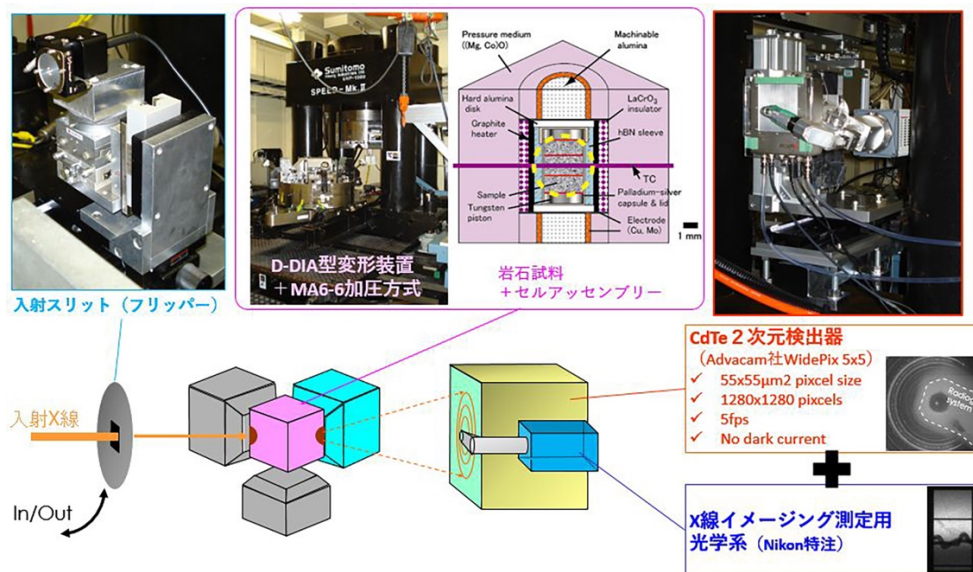


図3 BL04B1 ビームラインの第二実験ハッチにおける D-DIA 型変形装置と、本 PU 課題において導入した CdTe 2 次元検出器及び、それと組み合わせた X 線イメージング測定システム、フリッパースリットシステムの概略図。

(歪測定用) を連続的に交互に測定する必要がある。そのため、2次元 X 線回折測定のための WidePix 5x5 の導入に加えて、同時に X 線イメージング測定を行うための光学系も導入した (図3)。この光学系の導入により、2次元 X 線回折測定と X 線イメージング測定の連続交互測定の際に、検出器及びカメラの物理的移動が不要となり、それら測定の切り替えが迅速に行えるようになった。さらに、2-1) で導入したフリッパースリットシステムを第二実験ハッチにも導入することにより (図3)、X 線回折測定用の小さいビームサイズと X 線イメージング測定用の大きいビームサイズを 1 秒以下の短時間で切り替えることを可能にした。その結果、高圧変形実験と組み合わせた応力・歪測定を 1 周期約 40 秒の短時間で行うことが可能となった (図4)。これは、既設の CCD 2次元検出器を用いた場合に要する時間の 1/10 程度に相当し、大幅な測定時間の短縮を達成した。その結果、これまで捉えることができなかった、1-2 分程度のタイムスケールでの応力の急降下や、不安定すべりなどの現象の高圧・高温・変形下その場観察が可能となり (図4)、高圧下における岩石の破壊の素過程についての研究が大きく前進した。

新しく開発した測定システムを用い、BL04B1 ビームラインに設置の D-DIA 型変形装置を用いたダナイト (かんらん石多結晶体) 及びハルツバーガイト (か

んらん石+斜方輝石多結晶体) の一軸圧縮変形・破壊実験を、地球の沈み込むプレート内浅部の温度圧力条件下 (500-1000°C、1-3 GPa) において行った (Ohuchi *et al.*, 2020, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 175, 79)。ダナイトやハルツバーガイト試料中に水性流体が存在する場合の変形実験では、微小破壊音 (Acoustic Emission: AE) をほとんど伴わずに断層形成に至ることが明らかとなった。一方、試料中に水性流体が存在しない場合の変形実験では、断層形成とすべりの一連の過程において微小破壊音が発生することが確認された。以上の結果より、岩石中に水性流体が存在する場合では、微小破壊音の発生を伴わない断層すべり (サイレント地震) が起こると考えられる。実験後試料の微細組織観察の結果、断層沿いに含水鉱物 (タルク) が形成されていることが確認されていることから、間隙水圧による断層固着強度の低下や含水鉱物による断層の潤滑化が、サイレント地震の原因であると解釈される。

さらに、上部マントル深部からマントル遷移層へと沈み込んだ深部スラブ内の高圧高温条件下 (600-1100°C、9-20 GPa) におけるかんらん石多結晶体の変形実験を行った。上部マントルを構成すると考えられている (Mg<sub>0.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> 組成のかんらん石では、13 GPa 以上の高圧下においてかんらん石から高圧相のウォズリアイトへと圧力誘起相転移が進行しうる。本



今回導入した D111 型装置により従来の限界を大きく超える約 30 GPa までの変形実験が可能となり、下部マントル条件下でのよく制御された変形実験が可能になった。

D111 型装置を用いた高压変形実験その場観察システムの概念図を図 5 に示す。本高度化推進のために、一般ユーザーを含む研究グループを編成し、D111 型装置を用いた地球の内核やマントル深部物質についての高圧高温下の変形流動特性に関する実験に取り組んだ。実験における最高メインラム荷重は 5.5 MN であり、最高圧力約 30 GPa を発生することに成功した。最高温度条件は 1700°C であり、下部マントルに相当する圧力温度条件下での高圧高温変形その場観察が可能であることが確認された。さらに、最大で上下各 680 μm までの差動ラム (D-ram) 変位の変形実験がすでに行われている。また、高压変形実験だけでなく、6-8-2 加圧方式による超高压発生実験、非弾性特性の測定を目的とした振動実験も行われ、これらの実験においても D111 型装置が有用であることが確認された。

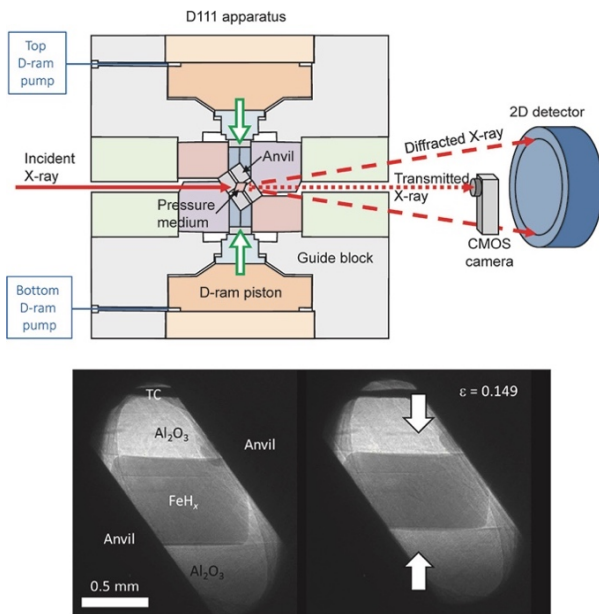


図5 D111型装置を用いた高压変形実験、X線回折測定、X線イメージング測定の概略図(上)と、D111型装置による高压変形実験下その場における試料(FeH<sub>x</sub>)のX線ラジオグラフィ像の例(下)。メインラムにより上図に示すガイドブロック全体に荷重をかけて高圧力を発生させ、同時にガイドブロック内の差動ラム(D-ram)により圧力媒体中の試料を高圧下で上下方向に変形することが可能である。

D111 型装置を用いた研究として、これまでに FeH<sub>x</sub> の粘性率に関する実験を行っている。図 5 に、実験で得られた dhcp-FeH<sub>x</sub> ( $x = 0.75-0.76$ ) の X 線イメージング測定の例を示す。これまでの実験により、仮に FeH<sub>x</sub> の弾性定数として Fe と同じ値を仮定した場合、dhcp-FeH<sub>x</sub> の粘性率は水素を含まない hcp-Fe とは大きな差がないという結果が得られつつある。しかし、 $x = 0.06$  程度の少量の水素の含有が hcp-Fe の弾性定数へ大きな影響を及ぼすとする予測もあり、この仮定に関しては注意が必要である。地球の核に含まれる軽元素の有力な候補として水素が挙げられており、今後、より幅広い圧力温度条件下における FeH<sub>x</sub> の変形実験を通して水素の存在が内核ダイナミクスに与える影響を明らかにすることを計画している。

### 2-3) 高压下における液体の粘性率測定技術の高度化による地球内部のマグマ研究の発展

高压高温下におけるマグマの物性の実験的解明は、地球内部におけるマグマダイナミクスの理解のみでなく、マグマの上昇により発生する火山噴火などの自然災害につながる地球科学現象の理解においても重要である。2-1) の高度化により、岩石中の液体が弾性波速度に与える影響の測定が可能になり、地球内部の地震波速度観測と組み合わせて、地球内部のどこにどれだけのマグマが存在するかを明らかにするための重要データが得られるようになった。さらに、本 PU 課題では、落球法を用いた高压下における液体の粘性率測定技術の高度化を推進した。

落球法を用いた液体の高压下粘性率測定は、これまでも BL04B1 ビームラインで行われている。しかし、これまでの実験は主に粘性率の高い SiO<sub>2</sub> に富むケイ酸塩液体を対象としており、低粘性率液体の高压下における粘性率測定は困難であった。その原因として、これまでの高压下における X 線イメージング測定は、ほとんどが撮影速度 30-60 フレーム/秒 (fps) に限られている問題があった。例えば、炭酸塩液体のような低粘性率液体 (<0.01 Pa·s) においては、高压実験セル内部に設置した約 1 mm の高さの試料中をマーカー球が落下する時間は 100 ミリ秒以下である。そのような短時間で落下する球の落下軌道を精確に測定するためには、ミリ秒レベルの高速度での X 線イ

メージング測定が必要となる。この問題を克服するために、Photron 社の高速度カメラ FASTCAM Mini AX100 を使用した高速度 X 線イメージング測定の開発を行った。その結果、10,000 fps (露光時間 0.1 ミリ秒) の高速度において、高圧実験セル内部に設置した試料と粘性率測定用の白金球マーカーを撮影することが可能であることが分かった (河野、2022、月刊地球、44、13-17)。この技術を用い、粘性率が低いことが知られている  $\text{CaCO}_3$  液体について、高圧下落球法粘性率測定を行った。その結果、約 50 ミリ秒の非常に短い時間で落下過程が終了する球の落下軌道を、1 ミリ秒間隔の十分な時間分解能の X 線イメージング測定で捉えることに成功した。2 年間の本 PU 課題期間では X 線イメージング測定の高速度化についての技術開発のみとなったが、今後この技術を用いることにより、地球内部の高圧高温下その場におけるマグマの粘性率研究が発展すると期待される。また、この高速度の X 線イメージング測定は、地震研究における断層岩石の破碎の高速過程のその場観察など、様々な高速度過程の X 線その場イメージング研究にも利用できると考えている。

### 3) 高度化に関連する利用者支援

BL04B1 ビームラインでは、地球構成鉱物・岩石の高圧プレス実験と組み合わせた X 線回折測定、X 線イメージング測定、超音波弾性波速度測定により、地球内部の地震波速度構造を解釈するための研究がこれまで多く行われ、地球内部の構造・組成の理解に重要な貢献を果たしてきた。一方、近年、地球における地震波観測のみでなく、月や火星などの惑星における地震波構造探査が急速に発展し、惑星内部構造の研究が今後大きく進展すると期待されている。特に、NASA の InSight 計画では、火震 (火星における地震) の観測から火星内部の地震波速度構造の探査を進めており、地球同様に火星を構成すると考えられる岩石・鉱物の弾性波速度のデータが必要とされている。本 PU 課題において、フランス IMPMC の Daniele Antonangeli 博士のグループが行っている、火星で予測されている岩石・鉱物の研究において、高圧高温下弾性波速度測定についてのユーザー支援を行った。その結果、火星の上部マントルを構成すると予想されている岩石の

高圧高温下弾性波速度測定に成功し、BL04B1 ビームラインにおいて得られたデータを基に火星マントルの地震波速度、密度構造モデルを提案した<sup>9)</sup>。本 PU 課題期間の終了後もユーザー支援を継続しており、BL04B1 ビームラインにおける高圧高温下での弾性波速度測定は、InSight で得られる火震観測データを解釈するための重要な基礎データとなると期待されている。

さらに、超音波測定により得られる弾性波速度データは、地球惑星科学における地震波速度観測データの理解の観点のみでなく、材料科学において、圧力温度下における材料の弾性特性の理解においても重要であると考えている。そのような分野のユーザー開拓を目指し、本 PU 課題では、BL04B1 ビームラインの高圧下弾性波速度測定を利用した材料科学研究についてのユーザー支援も行った。名古屋大学の Nico Gaida 博士に対するユーザー支援では、透明ナノ多結晶セラミックス材料についての高圧高温下弾性波速度測定を行い、弾性率の圧力温度依存性を調べた<sup>11)</sup>。さらに、同グループによる、高圧下における  $\text{Mg}_2\text{Si}$  化合物の構造と物性の変化を理解するための高圧下超音波測定、X 線回折測定についてのユーザー支援も行った。また弾性波速度測定以外にも、滋賀県立大学の山田明寛博士の推進するガラス材料の高圧変形実験についてのユーザー支援を行うなど、これまで主に地球科学研究で使用されてきた BL04B1 ビームラインの高圧プレス実験の分野拡大とユーザー開拓に向けた支援を推進した。

### 4) まとめ

2 年間の本 PU 課題では、特に高度化についての成果を挙げることができたと考えている。X 線回折測定と X 線イメージング測定を組み合わせた複合時分割測定の高度化は、高圧下における岩石破壊過程のその場観察実験の時間分解能を 10 倍にするなどの大幅な改善を達成しており、地震発生メカニズム研究の進展に大きく貢献すると考えられる。さらに、D111 型装置の導入により、圧力発生領域の拡大についての技術的発展も達成しており、BL04B1 ビームラインの大容量プレスを用いた高圧変形・破壊実験に大きく貢献するものであると考えている。また、X 線回折測定と X

線イメージング測定、超音波測定を組み合わせた複合測定の連続自動計測についての高度化では、液体を含むかんらん岩の弾性波速度測定に成功するなど、地球内部のマグマを理解するために重要な実験技術の開発に成功した。さらに、高速度カメラを用いた高速度 X 線イメージング測定の導入により、低粘性率液体の高圧下粘性率測定も可能となっており、地球内部のマグマの粘性率研究の発展に貢献すると考えている。以上のように、本 PU 活動により、地震や火山などを含めた地球内部の「動的」地球科学現象を理解するために必要な「動的」高圧実験の開拓を推進した。さらに加えて、地球科学以外の分野への高圧プレス放射光 X 線実験の拡大の観点において、X 線回折測定、X 線イメージング測定と超音波弾性波速度測定を組み合わせた連続自動複合測定についての高度化は大きな役割を果たすと期待している。例えば、金属ガラスの高圧高温下での非晶質構造転移に伴う弾性波速度、ポアソン比変化についての研究<sup>[2]</sup>など、高度化した装置を用いた研究を進めている。また、超音波弾性波速度測定を用いた分野開拓として、惑星科学研究者<sup>[3]</sup>や材料科学研究者<sup>[1]</sup>との共同研究などをさらに発展させ、BL04B1 ビームラインにおける高圧プレス実験のさらなる発展とユーザー拡大に貢献したいと考えている。

### (3) 成果リスト (査読付き論文)

SPring-8 利用研究成果登録データベースに登録済みで、PU 課題番号が関連づけられた査読付き論文のみを掲載します (その他、PU として支援した一般課題の発表論文やポスター発表、受賞歴など多数の成果がありますが、掲載スペースの都合上割愛しています)。

[1] SPring-8 Publication ID = 40694

N. Gaida *et al.*: “Elasticity of Nanocrystalline Kyanite at High Pressure and Temperature from Ultrasonic and Synchrotron X-ray Techniques” *Journal of the American Ceramic Society* **104** (2021) 635-644.

[2] SPring-8 Publication ID = 42054

Y. Kono *et al.*: “Continuous Measurement of Ultrasonic Elastic Wave Velocities, X-ray Radiography and X-ray Diffraction of  $Zr_{50}Cu_{40}Al_{10}$  Metallic Glass at High Pressure and High Temperature Conditions” *High Pressure Research* **41** (2021) 219-232.

[3] SPring-8 Publication ID = 42949

F. Xu *et al.*: “Low Velocity Zones in the Martian Upper Mantle Highlighted by Sound Velocity Measurements” *Geophysical Research Letters* **48** (2021) e2021GL093977.

[4] SPring-8 Publication ID = 43554

T. Ohuchi: “Grain-size-sensitive Creep of Olivine Induced by Oxidation of Olivine in the Earth's Deep Upper Mantle: Implications for Weakening of the Subduction Interface” *Physics of the Earth and Planetary Interiors* **326** (2022) 106865.

河野 義生 KONO Yoshio

愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター

〒790-8577 愛媛県松山市文京町 2-5

TEL : 089-927-9658

e-mail : kono.yoshio.rj@ehime-u.ac.jp

## ビームラインフロントエンドにおける エネルギー分解型 X 線ビームモニターシステム

公益財団法人高輝度光科学研究センター ビームライン技術推進室

工藤 統吾、佐野 睦、糸賀 俊朗、後藤 俊治

公益財団法人高輝度光科学研究センター 情報技術推進室

松本 崇博

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

先端放射光施設開発研究部門

高橋 直

### Abstract

ビームラインフロントエンドの準白色 X 線ビームの光軸を正確に捉えるモニターシステムの実証に成功した。本手法は、単結晶ダイヤモンド薄膜にビームを透過させて生じる散乱 X 線を、ピンホール光学系を通じて直接検出型 CMOS 二次元検出器で撮像するものである。得られる画像情報に光子エネルギー弁別を施すことで、アンジュレータ放射の各エネルギー成分の空間分布が可視化できる。この結果は、SPECTRA を用いた理論計算結果とよく一致した。本手法により得られた光軸情報は、従来の X 線ビーム位置モニターで問題となっていた偏向電磁石放射の混入の問題を回避できる。この新しいエネルギー分解型ビームモニターは、光源の超安定性を要求する回折限界リングの強力なビーム診断ツールとして期待できる。

### 1. 次期計画と XBPM

回折限界ストレージリング (DLSR) は、サブ nm rad の低エミッタンスを実現し、第 3 世代に比べ水平方向ビームサイズが大幅に縮小される<sup>[1]</sup>。この結果得られる円形ビームをナノビーム集光することで、従来よりも 3 桁高い光子フラックスが得られる。ただし、これには光ビームの安定性 10 nrad を実現する必要があるとされている<sup>[2]</sup>。

光位置モニター (X-ray Beam Position Monitor : XBPM) は光源点から 20~30 m 離れて光ビーム位置を観測することにより、光源の角度変動を敏感に捉えることができる。光源加速器の安定化には、電子ビームモニターだけでなく、光子ビーム位置モニターが必須であり、XBPM は DLSR のキーデバイスの 1 つである。

光源を診断する XBPM は、光学系ドリフトの影響を避けるため、光学系の上流に配置する必要がある。この条件を満たすのは、光学系上流のフロントエンド部に設置されている光電子放出を利用した XBPM である<sup>[3-5]</sup>。しかしこれらは、アンジュレータ光軸の直接

観測ではなく周辺部の放射の測定によって光軸を推定するものである。周辺部には、偏向電磁石放射の混入があり、その計測値から光軸を推定するためには、補正が必要である。このため XBPM は、ユーザー利用運転中のビーム安定化には使われず、主にサイクル間などでの定点観測に用いられてきた。しかしながら、フロントエンドは先述の通り、光源角度変動を敏感にとらえることのできる唯一のロケーションであり、DLSR を目指す SPring-8-II において、是非とも活用しなくてはならない。

XBPM とは別に、我々はダイヤモンドを材料とし、光軸を直接見るビームモニターの開発にも取り組んできた<sup>[6-8]</sup>。ダイヤモンド薄膜は、優れた耐熱性と X 線に対する透過性を持つ材料である。このため、多くの放射光および X 線自由電子レーザー (XFEL) 施設のビーム診断にダイヤモンド薄膜によるビームモニターが使用されている<sup>[9-11]</sup>。

XFEL の光は光軸中心に集中し、優れた単色特性を備えている。そのため、ダイヤモンド薄膜の可視光発光による単純なスクリーンモニターでも、SACLA で

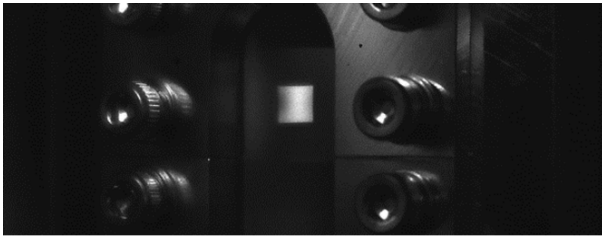


図 1 ダイヤモンド薄膜の可視光発光による SPring-8 の分光器上流でのアンジュレータ光の可視化。

は 100 nrad の分解能を実現し、安定な光軸制御に寄与している<sup>[12]</sup>。しかし、同じ方法をリング加速器のアンジュレータ光観測に適用することはできない。リング加速器のアンジュレータ放射は高次光を含む様々な光子エネルギーが広い範囲に分布する<sup>[13]</sup>。ダイヤモンド薄膜を可視発光型のスクリーンモニターとしただけではプロファイルが平坦になり、ビームの重心を検出できない。図 1 は、SPring-8 の分光器上流でのアンジュレータ光をダイヤモンド薄膜の可視光発光で見たものである。蓄積電流を 10 mA まで下げ、試験的に 3.2 mm × 2.8 mm (H × V) の大きなフロントエンドスリット (FE slit) サイズにした。ビームは FE slit の形のまま四角に見える。分光を行わずにビーム形状を正確に観察することは困難である。なんらかの原理によりエネルギー分解能を持つ光ビームモニターが必要である。

## 2. エネルギー分解してビームを見る

フロントエンドの準白色ビームを、分光器を用いずにエネルギー分解するには工夫が必要である。例えば、アンジュレータ光をエネルギーフィルターに透過させれば、意図するエネルギーの光子を遮断することができる。図 2 は一次光ピークを 18.48 keV にチュー

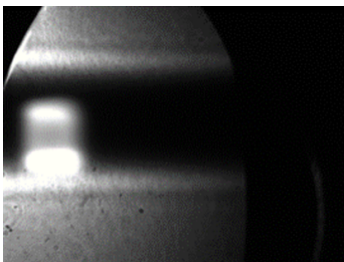


図 2 ダイヤモンド薄膜の可視光発光による SPring-8 の分光器上流でのアンジュレータ光の可視化。Zr 板を高速でビーム上を通過させ、その下流で観察した。

ニングしたアンジュレータ光を Zr 板 ( $t = 0.1$  mm) に透過させ、下流でダイヤモンド薄膜の発光を見たものである。Zr の K 吸収端 (18 keV) により一次光ピーク近傍が遮断され、中央が凹んだビームを得た。この試験は、強力なフロントエンドのビームの熱負荷に Zr 板を耐えさせるため、水冷した上で高速移動させ、ビームをよぎる瞬間をカメラでとらえている。工夫すれば分光器を用いずともフロントエンドのビーム中心を観察することはできる<sup>[7]</sup>。

しかしビームに直接フィルターを入れるのは、熱負荷と真空度の問題以外に、フィルター材料によって決まったエネルギーでしか使えないという制限がある。我々は、なんらかの方法で、ビームエネルギースペクトルとその空間分布を保持したまま、あたかもレプリカのように光軸外に取り出す方法を考案すべきだという結論に達した。それによりまず熱負荷の問題を回避しなければ、エネルギー分解方法の R&D を行うことができない。

ところで、フロントエンドの水冷 Be 窓などからの散乱を、シリコンドリフト検出器 (Silicon Drift Detector : SDD) を用いて測定すればアンジュレータ光のスペクトルを得ることが可能である<sup>[14]</sup>。この方法は、FE slit のスキャンとの組み合わせにより光軸を明瞭に計測できることもわかっている。これはスキャン測定であるため時間を要するが、定点観測の有力な手段となり得る。水冷 Be 窓の散乱はアンジュレータ光のスペクトルの情報を保持しているのである。

我々は以上のことから、薄膜からの散乱をなんらかの方法により光軸外でビームの形にもどすことができれば、究極のビームモニターになるであろうと考えた。熟考の末、それにはピンホールカメラが有効であるとの結論に達した。ピンホールは通過する光のエネルギーを全て保存するので、ビームエネルギーと空間分布のレプリカを光軸外に移すという目的に合致している。

図 3 は、この考えに基づくエネルギー分解型光ビームモニターシステムの構成である。フロントエンド出射ビームをダイヤモンド薄膜に透過させ、その前方 30 度上方の散乱を、ピンホールを通じて二次元検出器で観測する。二次元検出器としては、光子エネルギーを計測し得るものを用いる。

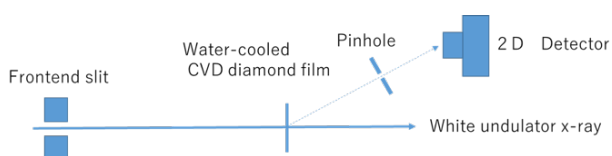


図3 ピンホールカメラを用いるX線ビームモニターシステムの模式図。

### 3. ピンホールカメラでビームを見る

アンジュレータ光は水平方向に直線偏光しており、弾性散乱には方向性がある。また高次光ではコンプトン散乱の寄与が増え、純粋なアンジュレータ光のスペクトルから乖離してゆく。このような状況で果たして、ピンホールカメラはビームモニターとして本当に機能するのであろうか？単純な構造とはいえ、ビームラインの分光器上流に新しいコンポーネントとして、このコンセプトのモニターを設置するにはコストも手間もかかるため、慎重な検討が必要である。筆者らは、この装置の製作に先立ち、ある形状のビームがダイヤモンド薄膜に当たって出てくる散乱が、ピンホールを通じてどう見えるかというシミュレーションをPHITS 3.10<sup>[15]</sup>により行った。図4は、ビームを円環形状とした場合のピンホールカメラ画像である。コンプトン散乱と弾性散乱の寄与などにより、どのような形状が得られるか懸念したが、計算上は図4のようにビーム形状の像が得られることがわかった。

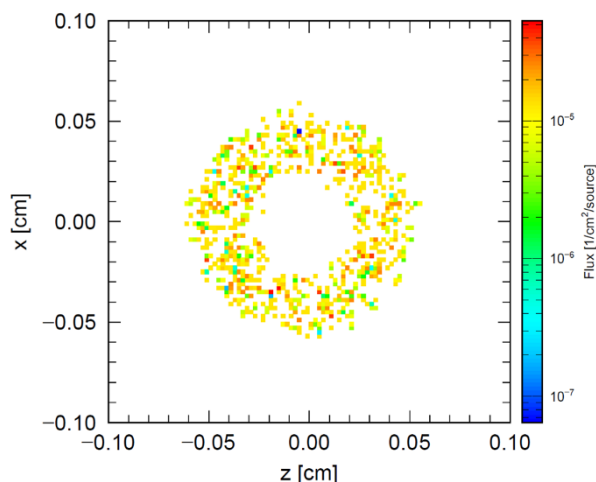


図4 45度傾けた厚さ30 $\mu\text{m}$ のダイヤモンドに単色X線を入射し、ダイヤモンドの真横1cmの位置に、半径100 $\mu\text{m}$ のピンホールをもうけ、さらに1cmの位置でのプロファイルを計算した。ビーム形状は半径500 $\mu\text{m}$ 、太さ100 $\mu\text{m}$ の円環形状とした。

このシミュレーションは単色ビームを仮定しているが、検出器にエネルギー分解能があれば、図4のようなビーム形状を、エネルギー毎に分解して絵にすることができるということになる。

### 4. エネルギー分解型ビームモニター

エネルギー分解したビームをとらえるキーポイントは、ダイヤモンド薄膜の品質と、二次元検出器の性能である。

SACLA で用いられているフォトルミネッセンスを利用したビームモニターにはBドープした多結晶ダイヤモンド薄膜が用いられている<sup>[6]</sup>。図3の構成のビームモニターは、多結晶だとピンホールカメラ画像に大量の回折スポットが出現し著しく画質が劣化する<sup>[16]</sup>。一方、最近単結晶ダイヤモンド薄膜の価格は格段に下り、単結晶ダイヤモンド薄膜にコスト的な問題はなくなった<sup>[7]</sup>。そこで散乱体としては単結晶ダイヤモンド薄膜 ( $t = 70 \mu\text{m}$ ) を用いた。もちろん、単結晶でも決まった位置に強い回折が出ることになるが、計算によると、ピンホール位置に回折が飛び込んでくる確率は極めて少ないことがわかっていてる。

二次元検出器として、当初エネルギー分解能に優れた液体窒素冷却 CCD カメラで R&D を進めた<sup>[6]</sup>。これは優れたエネルギー分解能 ( $\Delta E = 200 \text{ eV}$ ) がある反面、フレームレートが遅く、エネルギー分解画像を取得するのに長時間かかる。リアルタイム性が重要なビームモニターとして失格である。実用的な精度で光軸付近の成分を切り出すだけなら、エネルギー分解に対する要求水準を緩和してよい。我々は理研の開発した直接検出型二次元検出器 SOPHIAS-L<sup>[18,19]</sup> ( $\Delta E = 2 \text{ keV}$ ) を採用した。更に、1光子のエネルギーを正確に算出する高速ドロップレット解析アルゴリズムを開発し、SOPHIAS-L のデータ取得プログラムに組み込んだ<sup>[17]</sup>。

本ビームモニターは SPring-8 BL05XU 光学ハッチの最上流に設置した。BL05XU の光源は、磁気周期長 32 mm、全長 3 m の真空封止型アンジュレータである。FE slit は、光源点から約 29 m 離れた位置に配置されている。さらにそこから 6.5 m 下流で、ビームはダイヤモンド薄膜を透過し、前方散乱 X 線 (上方 30 度) を、W 製ピンホール ( $t = 500 \mu\text{m}$ ,  $\phi = 10 \mu\text{m}$ )



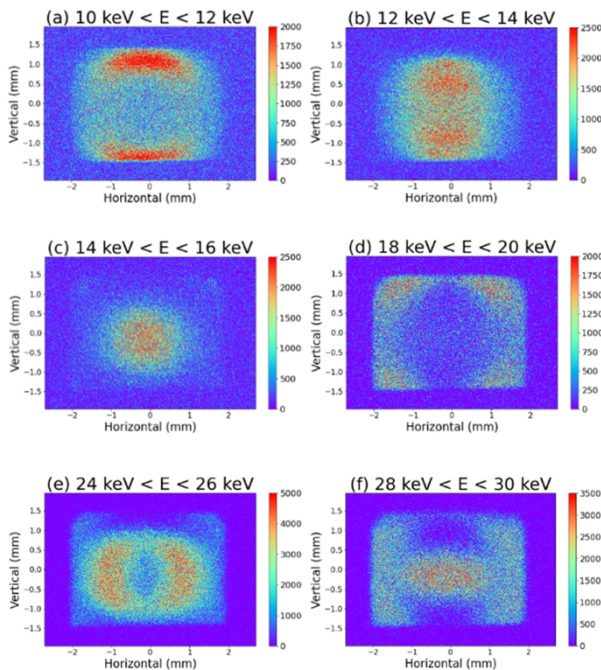


図5 一次光 12.4 keV を与えるアンジュレータ光のエネルギー分解画像。

を通じて SOPHIAS-L<sup>[20]</sup> 上で像として検出した。ダイヤモンド薄膜からピンホールまでの距離は 19.4 cm、ピンホールから検出器までの距離は 40 cm であり、倍率約 2 倍のピンホールカメラとなる。

測定は、ビームライン調整の一部として行った。定常運転の 1/10 (10 mA) に蓄積電流を抑えることで、アンジュレータ GAP 17.26 mm (12.4 keV@1st) の設定で、FE slit の開口サイズを通常より広い 3.6 mm × 2.8 mm (H × V) にした。これにより、広範囲にわたるアンジュレータ放射の空間分布を観測することができた。

計測結果を図 5 に、またそれぞれに対応するエネルギーのアンジュレータ光の形状を SPECTRA で計算したものを図 6 に示す。

図 5(a) に示すように、低エネルギー光は、画像の上部と下部に分裂した。エネルギーが上がると、光は中心に寄ってゆき、一次光ピーク付近では図 5(c) に示すように、水平垂直とも中心にまとまる。さらに高エネルギーでは、上下方向と水平方向に分離し始める (図 5(d))。その後、図 5(f) に示すように、二次光が再び中心に集まる。

図 6 は、SPECTRA を使用して計算した各エネルギーのビーム形状である。図 6(c) は、一次光であり、光

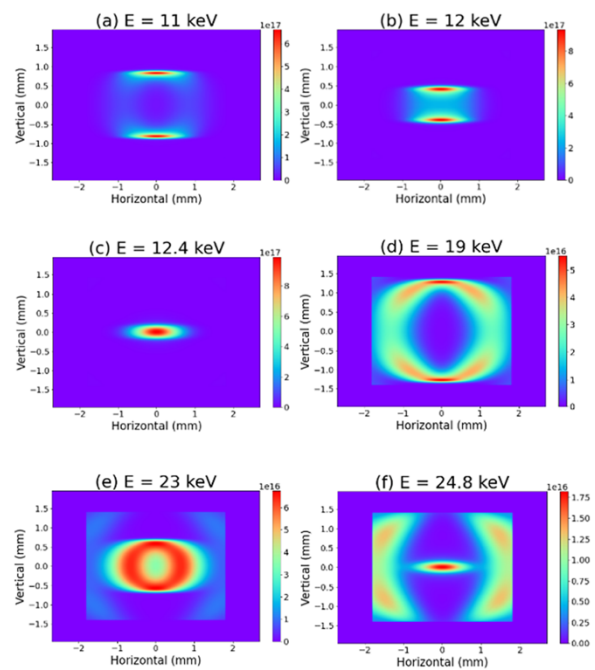


図6 SPECTRA により計算された、一次光 12.4 keV を与えるアンジュレータ光の各エネルギー成分の形状。

軸に鋭く集まっている。一方、(a) と (b) は低エネルギー成分である。(f) は二次光ピークであり、(d) と (e) は二次光の低エネルギー成分である。図 5 に示した本モニターにより得られた画像は、SPECTRA の計算結果とよく一致していることがわかる。エネルギー値の差異は、SOPHIAS-L のエネルギー分解能とアンジュレータスペクトル形状のコンボリューションによるものである。

## 5. まとめと展望

我々は、アンジュレータ光がダイヤモンド薄膜を透過して発生する X 線散乱をピンホールカメラで像とし、これを二次元検出器によるカラーイメージング技術で解析することで、初めて SPring-8 のアンジュレータ光のエネルギー空間分布を測定した。光の芯を捉えることに成功しているため、従来から言われ続けて来た偏向電磁石放射の混入の影響は無視できるレベルである。次期計画において、新しい光源としてリニューアルされた暁に、このタイプのビームモニタリングにより光がどのように仕上がっているかを観察できるということは、プロジェクトを進めてゆく上で大きな力となるだろう。

図 5(c) でわかる通り、現状では一次光のビームサイズはまだ大きく広がって見えている。これは用いた検

出器 SOPHIAS-L のエネルギー分解能が  $\Delta E = 2 \text{ keV}$  (@5.9 keV:FWHM) が不十分なためである。図6(c) の SPECTRA 計算は、エネルギー分解能 0.1% B.W. としている。これは  $\Delta E \sim$  数 eV の 2 結晶分光器レベルである。ここまでは無理としても、計算上では検出器の  $\Delta E \sim 500 \text{ eV}$  程度を実現できれば、FE slit 開口を実用的なサイズにしても十分光軸を捉えることができる。

本報告は蓄積電流を下げての試験結果であるが、実運用では、より多数の光子が検出器に入射する。更に SPring-8-II では、実効フラックスが 30 倍となる。これらは、リアルタイムモニターの観点からは有利である。

一方で、二次元検出器を用いたエネルギー分解画像処理は、一画素に複数光子が入射すると不可能となる。入射光子数が増えてもこの条件を満足するためには、フレームレートが 30 Hz の SOPHIAS-L では対応できず、数十 kHz レベルの高いフレームレートを有する二次元検出器が必要である。

つまり本ビームモニターが次期計画で活躍するためには、二次元検出器のエネルギー分解能、フレームレートが重要な項目になる。このような条件を満たす検出器として、我々は理研の開発している CITIUS に期待している<sup>[21]</sup>。

エネルギー分解能とリアルタイム性において、改善すべき点を残しているとはいえ、我々は、SPring-8 が運転を開始してから、優に 25 年を過ぎても解決にいたらなかった問題、光軸の計測による光源の安定化、に一歩近づいたという手ごたえを感じている。

#### 参考文献

- [1] P. Raimondi, N. Carmignani, L. R. Carver, J. Chavanne, L. Farvacque, G. Le Bec, D. Martin, S. M. Liuzzo, T. Perron, and S. White: *Physical Review Accelerators and Beams* **24** (2021) 110701-1-5.
- [2] M. Yabashi and H. Tanaka: *Nature Photonics* **11** (2017) 12-14.
- [3] H. Aoyagi, T. Kudo, H. Tanida and H. Kitamura: *AIP Conference Proceedings* **705** (2004) 933.
- [4] D. Shu, H. Ding, J. Barraza, T. M. Kuzay, D. Haefner and M. Ramanathan: *Journal of Synchrotron Radiation* **5** (1998) 632-635.
- [5] H. Aoyagi, Y. Furukawa, S. Takahashi and A. Watanabe: *Physical Review Accelerators and Beams* **24** (2021) 032803.
- [6] T. Kudo, S. Takahashi, N. Nariyama, T. Hirono, T. Tachibana and H. Kitamura: *Review of Scientific Instruments* **77** (2006) 123105.
- [7] S. Takahashi, T. Kudo, M. Sano, A. Watanabe and H. Tajiri: *Review of Scientific Instruments* **87** (2016) 083111.
- [8] K. Tono, T. Kudo, M. Yabashi, T. Tachibana, Y. Feng, D. Fritz, J. Hastings and T. Ishikawa: *Review of Scientific Instruments* **82** (2011) 023108.
- [9] J. Y. Park, Y. Kim, S. Lee and J. Lim: *Journal of Synchrotron Radiation* **25** (2018) 869-873.
- [10] R. van Silfhout, D. Pothin and T. Martin: *Journal of Synchrotron Radiation* **27** (2020) 37-43.
- [11] J. Morse, M. Salomé, E. Berdermann, M. Pomorski, W. Cunningham and J. Grant: *Diamond and Related Materials* **16** (2007) 1049-1052.
- [12] 田中均、後藤俊治、高野史郎、登野健介、正木満博、矢橋牧名、*放射光* **30** (2017) 28-38.
- [13] T. Tanaka: *Journal of Synchrotron Radiation* **28** (2021) 1267-1272.
- [14] S. Goto, S. Takahashi, T. Kudo, M. Yabashi, K. Tamasaku, Y. Nishino and T. Ishikawa: *Proc. SPIE* **6705** (2007) 67050H.
- [15] <https://phits.jaea.go.jp/indexj.html>
- [16] T. Kudo, M. Sano, T. Itoga, H. Tajiri, K. Ozaki and S. Takahashi: *Review of Scientific Instruments* **91** (2020) 033103.
- [17] T. Kudo, M. Sano, T. Itoga, T. Matsumoto and S. Takahashi, *Journal of Synchrotron Radiation* **29** (2022) 670-676.
- [18] T. Hatsui, M. Omodani, T. Kudo, K. Kobayashi, T. Imamura, T. Ohmoto, A. Iwata, S. Ono, Y. Kirihara and T. Kameshima, H. Kasai, N. Miura, N. Kuriyama, M. Okihara, Y. Nagatomo, M. Nagasaki, T. Watanabe and M. Yabashi: *Proc. Int. Image Sensor Workshop* (2013) Art. No. 3.05.
- [19] T. Hatsui and H. Graafsma: *IUCrJ* **2** (2015) 371-383.
- [20] M. Abe, F. Kaneko, N. Ishiguro, T. Kudo, T. Matsumoto, T. Hatsui, Y. Tamenori, H. Kishimoto and Y. Takahashi: *Journal of Synchrotron Radiation* **28** (2021) 1610-1615.
- [21] 初井宇記: 企画講演 7 動き出した次世代 X 線画像検出器 CITIUS 「高速・積分型検出器 CITIUS の開発」第 35 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム (2022 年 1 月 9 日)

工藤 統吾 KUDO Togo

(公財) 高輝度光科学研究センター  
ビームライン技術推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3815  
e-mail : kudo@spring8.or.jp

佐野 睦 SANO Mutsumi

(公財) 高輝度光科学研究センター  
ビームライン技術推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3489  
e-mail : musano@spring8.or.jp

糸賀 俊朗 ITOGA Toshiro

(公財) 高輝度光科学研究センター  
ビームライン技術推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3391  
e-mail : itoga@spring8.or.jp

後藤 俊治 GOTO Shunji

(公財) 高輝度光科学研究センター  
ビームライン技術推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3840  
e-mail : sgoto@spring8.or.jp

松本 崇博 MATSUMOTO Takahiro

(公財) 高輝度光科学研究センター  
情報技術推進室  
〒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

高橋 直 TAKAHASHI Sunao

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 先端放射光施設開発研究部門  
〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext 3807  
e-mail : takahasi@spring8.or.jp

## ALC'22 会議報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター  
分光推進室 大河内 拓雄

### 1. はじめに

国際シンポジウム ALC (International Symposium on Atomic Level Characterizations for New Materials and Devices) は、その会議名の通り、原子レベルの物性研究にフォーカスした研究会で、研究分野としては表面科学、電子分光、各種顕微鏡、光科学、化学反応(触媒など)、また近年では有機物質や単原子層物質など多岐にわたる分野が関与する学際的な内容となっている。1996年に第1回が京都にて開催されて以来、2年に1度のペースで、アジア(主に日本)およびハワイ島を中心とした開催地で催されている。これまでは学術振興会(JSPS)のマイクロビームアナリシス第141委員会が主催してきたが、2020年より日本表面真空学会(JVSS)のマイクロビームアナリシス(MBA)技術部会が中心となって企画することになった。当初は第13回がALC'21として開催が予定されていたが、COVID19の影響により小規模なオンラインのプレミーティングとなり、オンサイトでの開催が1年延期されて今回の第14回ALC'22の開催に至った<sup>1)</sup>。開催日程は2022年10月16日から21日(筆者は17~20日のセッションに参加)、開催地は沖縄県名護市の万国津梁館で、2000年に沖縄サミットが開催された会場である(図1)。沖縄風の瓦屋根を取り



図1 ALC'22 会場の万国津梁館。会期前半はあいにくの雨天であったが後半は快晴に恵まれた。

入れた落ち着きを持った格式高い建物であると同時に、海岸リゾート地としての優美さを兼ね備えたロケーションであった。ポスター会場となったサンセットラウンジには森喜朗氏やウラジーミル・プーチン氏をはじめ、当時の首脳の直筆サインも飾られていた。また、名護市の西隣に位置する恩納村には、沖縄県で最大規模の教育・研究施設である沖縄科学技術大学院大学(OIST)がある。

表1に、アブストラクト集に掲載された、講演分類と各国の参加者数の内訳を示す。口頭発表は招待講演が多くを占めた構成で、筆者自身も、SPRING-8における時間分解・オペランド光電子顕微鏡(PEEM)の現状について招待講演として発表を行った。海外からの参加者割合はコロナ禍以前ほど回復してはいなかった

表1 ALC'22の参加者統計

ALC'22 Statistics					
List of Presentation style					
Prenary Lecture					2
Tutorial Lecture					2
MBA Awards Lecture					2
Sakaki Award Lecture					1
Invited					29
Oral					45
Poster					103
List of nation					
Australia	1	Germany	20	Malaysia	1
Austria	1	Hong Kong	2	Singapore	1
Belgium	1	India	1	Sweden	10
China	2	Italy	1	Switzerland	7
Croatia	3	Japan	208	Taiwan	4
Czech	1	Korea	3	UK	3
France	2	Luxembourg	1	USA	5

たものの、1か月前に参加した International Vacuum Congress (IVC) と比較すると現地での参加割合が幾分増加している印象だった。発表スケジュールは日によって微妙に異なったが、全体として、朝のセッションでは基調講演・チュートリアル・受賞講演などの全体講演がサミットホールで開催され、その後、昼前から夕方にかけて3部屋に分かれての平行セッションがあり、夜間にランプセッション(17日)・ポスターセッション(18、19日)が行われた。

## 2. 主な講演内容と感想

ここでは、筆者が参加したセッションで興味深かったトピックスを簡単に紹介する。

Plenary セッションでは、MBA Award 受賞の Jülich 研究所の Claus M. Schneider 氏が記念講演として、momentum microscopy (MM) のパイオニアグループとして、スピン分析器を含めた装置の詳細と、その装置を利用したスピン分解バンド構造解析を実例豊かに解説した。また、同じく MBA Award を受賞した Karl-Heinz Ernst 氏が受賞講演においてヘリセンという物質の性質と製作物質の評価や応用例について紹介した。ヘリセンとは、らせん構造を持った芳香族有機分子が単分子厚で基板に乗ったもので、グラフェンやスタネン等の有機分子版といえる。この物質系では、らせん構造とスピンの相互作用により、電子スピンのフィルタリング効果が期待されるとのことである。光子の円偏光ヘリシティーにも適用できるとすると、放射光の円偏光生成などにも新しい選択肢が生まれる期待感のある内容であった。最先端の科学や技術が駆使された上記の報告の他にも、自然科学研究機構(NINS)の川合眞紀氏の plenary lecture では、表面触媒反応について、物質・材料研究機構(NIMS)の青野正和氏の tutorial ではナノテクノロジーについて、歴史的背景や逸話を含んだカジュアルな講演で聴衆を楽しませた。その他、電子干渉法によるベクトルビームの発生や、表面プラズモン発生による非線形光電子分光など、斬新さと洗練度を兼ね備えた、充実した講演揃いであった。

平行セッションは、筆者は主に電子分光と PEEM に関連したセッションに参加した。近年のトレンドとしては上記でも紹介した、(角度分解)光電子分

光のためのエネルギーアナライザーと PEEM の機能を融合させた MM 装置があり、各所での装置立ち上げ状況、利用実験例の報告が目白押しだった。分子科学研究所の松井文彦氏によるグラフィイト系物質のバンド分散マッピングやバンド選択実空間イメージング、OIST の Keshav M. Dani 氏による二次元半導体のエキシトン観測、Johannes Gutenberg University of Mainz の Gred Schönhense 氏による Time of flight (TOF) 管を利用した多機能な MM など、それぞれの個性を有したユニークな装置や研究を知ることができた。また、台湾の National Synchrotron Radiation Research Center (NSRRC) の Tzu-Hung Chuang 氏からは、Taiwan Photon Source (TPS) での放射光 MM の立ち上げ状況が報告された。装置立ち上げとオフライン光源での基本的なデータ取得テストが終了し、2023 年度中にユーザー利用を展開するスケジュールとのことであった。この装置は、2018 年に筆者が短期サバティカルにて NSRRC を訪問(本誌にて報告済<sup>2)</sup>)した時には仕様検討を行っていた段階で、筆者も自身の PEEM 装置の運用経験を踏まえて仕様の議論に参加させて頂いた経緯もあるため、この進展報告は特に感慨深いものがあった。MM 関係以外で興味深かった講演としては、Martin Luther University の Wolf Widdra 氏の threshold PEEM に関する講演で、紫外線励起の磁気円二色性において、光電子放出の運動量分布のスピンの依存性を利用することで従来の 1 桁以上感度を増大させることに成功した例や、The Philipps University of Marburg の Suguru Ito 氏による、赤外レーザーパルスの 1 波長周期未満の時間領域での時間分解角度分解光電子分光で、フェルミ準位付近の占有電子が光電場によってバンド内を揺動する様子の観測に成功した例などが挙げられる。

また、本シンポジウムは、SPring-8 ユーザー協同体の顕微ナノ材料科学学会の代表を過去に務めて頂いた大門寛氏(豊田理化学研究所)が国際諮問委員長を、また、現代表の吹留博一氏(東北大学)がプログラム委員を務められていた関係で、筆者も講演者の選定の手伝いをしたが、筆者より推薦した方々の講演も好評であった。Synchrotron Trieste の Tefvik Onur Mentis 氏は Elettra の高コヒーレント放射光を利用

して、PEEM 電子像を観察すると同時に、試料からの回折光の結像 (CDI) も行う機構を紹介した。PEEM のハイスループット性と CDI のバルク感性、外場中観測の機能を相補的に利用できる装置として進展が大いに期待される。また、東京工業大学の佐藤琢哉氏はレーザー励起マグノンの実時間直接観測の研究で、マルチフェロ物質  $\text{BiFeO}_3$  における、フォノン-ポラリトンと結合したマグノンの観測の成功例、また、微小空隙を越えて伝搬するエバネッセントスピン波の発生について発表した。氏は磁性分野の研究者で、本シンポジウムの常連分野からするとやや異色の研究内容であるが、そのエキゾチズムもさることながら、光物理に関する深い知識と緻密な計算に基づいた新規現象の発掘は科学者の知的好奇心を十二分に刺激するものであり、セッションの終了後も多くの参加者が質問に詰め掛けていた。

一方、ポスターセッションは、筆者は学生賞の審査に参加していた関係で、主に学生による発表を聴講した。コンパクトにまとまった成果や、進展途上ながら地道な努力の跡がみられる報告など内容は幅広かったが、全体に佳作揃いで、担当教員の指導が行き届き、かつ発表者自身の考察がしっかりとなされた跡が伺える発表と受け答えを聞くことができた。

### 3. その他の企画

本シンポジウムでは新規の試みとして、17 日のオールセッション終了後にランプセッションと称して、夕食が提供される中で関連する主な研究所のバーチャルツアーが披露された。紹介されたのは OIST (発表: Keshav M Dani 氏、岡田佳憲氏)、National Yang Ming Chiao Tung University (Chun-Liang Lin 氏)、分子科学研究所 (湊丈俊氏、松井文彦氏) の 3 拠点である。実際に現地をオンラインで中継し、現地の研究者や学生が施設や装置などを案内する内容で、オンライン独特の小さなトラブルが発生しながらもカジュアルな感覚で楽しめる内容となっており、今後の成熟が期待される企画であった。なお、同時間帯に別室では学生・若手向けの日本語でのサイエンスカフェが並行して行われていた。

また、公式の企画ではないが、OIST スタッフからの呼びかけにより、会期中の複数の時間帯でグループ

に分かれて OIST を見学する機会を頂戴した。筆者は 19 日夜のポスターセッション後半の時間帯に参加した。複数の丘にそびえたつ研究棟とそこを繋ぐ広々とした通路、また、道路も欧風の石畳で、日本と思えないような美しい建物と自然溢れる風景で研究の場として理想的な環境であった。フェムト秒分光ユニットの Keshav M. Dani 氏の案内で、フェムト秒レーザーユニットと組み合わさった MM 装置と収差補正分光型低エネルギー電子顕微鏡 (SPELEEM) 装置を見学した。パルスレーザー装置一式は波長変調装置や高調波発生機構などを含んだ本格的なセットアップで、MM 装置は TOF 管 2 台とスピン分析器を備えた高級な装置で驚嘆するばかりであった。OIST は全体として予算措置が充実しており、研究会の開催などでも外部の企画組織に対しての助成が充実しているとの説明もあった。ツアーの最後には歓談スペースにて、軽食を頂きつつ参加メンバー間で談話する楽しい時間を過ごすことができた。気が付いたら終了時には 22 時を回っていた。

### 4. おわりに

図 2 に、18 日の昼に撮影された group photo を載せておく。本土では 10 月中旬には珍しく  $10^{\circ}\text{C}$  に近く寒さが襲ったタイミングであったが、本シンポジウムの開催された沖縄では最高気温が  $30^{\circ}\text{C}$  近くで朝にはセミが盛大に鳴き声を上げ、ハイビスカスも咲き乱れる快適な環境の中で実りある討議ができた。ランプセッションやポスターセッション、OIST ツアーは夜間にわたり、通常の学会・研究会と比べても充実度は非常に高かった。なにより、コロナの自粛明け約 3 年ぶりの関連研究者との対面での再会で、オンラインではなし得ない議論や連携強化ができたのも大きな成果であった。セッションの進行は押しなべてスムーズであったが、やはり、オンライン発表の時には通信トラブルなどで時間をロスする場面がいくつか見られた。ただし、セッション間の休憩は約 30 分とあらかじめ余裕をもって設定されていたため、全体の進行に支障が出ることはなかった。ただ、オンライン化の余波と言うべきか、オンサイトでの研究会の合間にもノートパソコン越しにオンライン会議に参加する様子も散見された (休憩中にとある研究者に声を掛けたと

ころ会議中で気まずかった場面もあった)。「世の中が便利になるほど人間は忙しくなる」という皮肉な説を筆者も実感する昨今であるが、便利になった分、時間の運用について自己管理が今まで以上に要求される社会になったということであろう。かくいう筆者も、一度セッションを抜けて、別の研究会の企画に関するオンライン打ち合わせに参加した。本来ならば出張という理由で出席できなかった会議であり、確かに便利といえ便利ではある。

次回の開催予定地はまだ明確に決まっていないうだが(筆者の参加しなかった最終日に通知があったかも知れない) 関係者との立ち話によると、昨今の国際経済動向を鑑みてハワイ島ではなく日本国内で開催される可能性が高いとのことであった。コロナ禍の間にも各機関の研究・開発が着実な進展を遂げていることを実感でき、表面・顕微分野という専門的な学会会議でありながら、常に新しい知識や発見を得られる本シンポジウム、2年後も是非ともオンサイトで参加したいと考えている。できるだけ他のオンライン用務を入れない方向で。



図2 ALC'22の集合写真。

#### 参考文献

- [1] <https://www.jvss.jp/division/mba/alc/alc22/>
- [2] SPring-8/SACLA 利用者情報 **23** (2018) 188.

#### 大河内 拓雄 OHKOCHI Takuo

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 (ex.3924)  
e-mail : o-taku@spring8.or.jp

# 11th International Workshop on Infrared Microscopy and Spectroscopy with Accelerator Based Sources (WIRMS) 2022 報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター

放射光利用研究基盤センター 分光推進室

池本 夕佳

広島大学 放射光科学研究センター

分子科学研究所 極端紫外光研究施設 光源加速器開発研究部門

加藤 政博

## 1. はじめに

加速器をベースとした赤外光源とその利用に関する会議である 11th International Workshop on Infrared Microscopy and Spectroscopy with Accelerator Based Sources (WIRMS) 2022 が2022年10月6日から9日の日程で、広島市のグランドプリンスホテルで開催された。加速器から供給されるIRとして会議に含まれるのは放射光の赤外成分に加え、赤外自由電子レーザー、コヒーレントシンクロトロン放射などで、これらの発生から利用までを包括的に議論する場である。この会議は、2年に一度開催され、日本での開催は2007年に淡路島で開催された第4回以来である。COVID19の影響で1年延期して開催した会議の様子を報告する。なお、本稿では、Infraredの略称としてIRを使用する。

## 2. 会議報告

今回の会議はCOVID19の影響を考慮して開催形式を現地参加とオンライン参加を両立させるハイブリッド形式とした。アメリカ・カナダ・ブラジルからの参加を考慮して午前は早めにスタートし、8:00~9:30と10:00~11:30の2セッションとした。2時間の昼休憩を挟んで午後は13:30~15:30、16:00~18:00の2セッション、更にヨーロッパからの参加を考慮して、2時間の夕休憩後に20:00~22:00のナイトセッションを設けた。会議は10月6日から8日の3日間で、2日目のナイトセッションはポスターセッションとした。最終日の10月9日は、広島大学放射光科学研究センター (HISOR) の見学を実施した。

会議はシングルセッションで行われ、カテゴリーは

“Status and Prospects of IR Beamlines and Facilities”、“Nanoscale Resolved IR Analysis”、“Synchrotron IR Spectroscopy”、“FEL IR Spectroscopy”、“IR Sources”、“Others”とした。

“Status and Prospects of IR Beamlines and Facilities”のカテゴリーでは、アメリカのNSLS-II、ブラジルのSirius、アメリカのALS、イタリアのElettra、スペインのALBA、ドイツのBESSY-II、オーストラリアのAustralian Synchrotron、ヨルダンのSESAME、ポーランドのSolaris、カナダのCLS、フランスのSOLEILから報告があった。ALBA、Solaris、SESAMEは比較的新しい施設で、IRビームラインが順調に立ち上がり、成果をあげていることはコミュニティにとってうれしい報告であった。特にSolarisのDr. T. Wrobelからは、IRの偏光を利用して高分子の配向イメージングを測定する技術の報告があり興味深かった。近年世界各地で建設・稼働が進んでいる回折限界を目指す放射光源 Diffraction Limited Storage Ring (DLSR) においては、緊密に設置される加速器電磁石と放射光取り出しポートの空間的取り合い問題によりIR光の利用が困難となることが予想される。このことは建設中のNanoTerasuや計画中のSPRING-8-IIにおいても事情は同様である。この問題については、SiriusのDr. R. FreitasとALSのDr. M. Martin、ElettraのDr. L. Vaccariから報告があった。ブラジルでは同国で最初の放射光源であるLNLSの後継である新光源Siriusが稼働を始めたが、既にIRビームラインのコミッショニングが行われており、その強度は旧光源であるLNLS当時の数分の一であるとの報告であった。一方ALSやElettraではupgrade計画



に IR をどのように組み込むかという報告があった。ALS では特に取り出しミラーを電子ビームのなるべく近くに配置して取り込み角度を稼ぐ方針が示され、Dr. M. Martin が加速器研究者と密接に連携して計画を策定している様子が印象的であった。この他、施設ごとに特色のある技術展開をしており、例えば Australian Synchrotron の Dr. M. Tobin から ATR (Attenuated Total Reflection、全反射測定法) や偏光を利用した測定について、CLS の Dr. B. Billingham から遠赤外領域で gas phase の測定を 100K の低温で行う装置について、また SOLEIL の Dr. F. Borondicsからは、宇宙由来の試料に関する 3D-IR トモグラフィ測定の結果が紹介された。

“Nanoscale Resolved IR Analysis”のカテゴリーでは、以下に示す 3 種類の技術でナノスケールの IR 分光を行う最新の研究が報告された。一つ目の技術は、IR 照射による試料の熱膨張を AFM プロブで感知する手法で、イギリスの DIAMOND に所属する Dr. G. Cinque から、真空中に高速チョッパーを配置し、検出効率を高めたとの研究が紹介された。二つ目の技術は AFM プロブ先端に IR を集光し散乱光を測定する s-SNOM (scattering type scanning near-field optical microscopy) で、放射光 IR を利用したナノスケールの IR 分光としては研究例が非常に多い。Dr. H. Bechtel ら ALS のグループが研究を先導しており、ナノアンテナやグラフェン表面におけるポラリトンの波形を観測する研究が報告されていたが、今回の最新の報告では、水面に浮かべたグラフェンや、磁場や温度を変化させる測定、遠赤外領域への拡張など、多様な技術展開が実感された。装置が稼働している施設としては、ALS のほか SOLEIL、LNLS、PTB (ドイツ) からの報告があった。更に Elettra では装置の運用を開始し、BESSY-II や Australian Synchrotron も今後導入予定であるとの説明があり、施設も確実に広がっていると感じた。三つ目の技術は最も新しい技術で、原理としては熱膨張を利用する手法に近いが、AFM プロブではなく、同軸で入射する可視光の散乱光の変化で検出するもので、O-PTIR (Optical Photothermal Infrared Spectroscopy) と呼ばれる。この技術はまだ放射光光源では行われておらず、IR レーザーを利用したデータで、放射光を利用した顕微分

光と相補的に利用している研究が Solaris から報告された。AFM を利用しない点で適応範囲が広く、今後の発展が期待される。

“Synchrotron IR Spectroscopy”のカテゴリーでは、SOLEIL の Dr. P. Dumas から Plenary Talk として高圧 IR 測定で金属水素を観測した研究が紹介された。高圧技術や研究の背景も詳しく説明され、わかりやすい講演であった。物性測定としては、日本の施設である UVSOR の利用研究として大阪大学の Dr. H. Watanabe から SmS で起こるキャリア誘起の絶縁体・金属転移の研究があったほか、同じく日本の施設である SPring-8 の利用研究として東北大学の Dr. S. Iguchi による異方性試料の磁気光学カー効果の研究などが報告された。ソフトマテリアルの研究では、SPring-8 の研究として大阪大学の Dr. Y. Takeda から湿度に依存して色に変化する分子の加湿 IR 測定の報告があったほか、大阪大学の Dr. F. Kaneko からは昆虫の羽の ATR mapping の研究の報告があった。また、ALBA の研究として、Dr. I. Yousef から延伸状態のポリマーを測定する研究、台湾の施設である NSRRC の Dr. Y. C. Lee から、ガンの IR 画像診断として利用されるワックス物理吸着法について報告があった。顕微分光は放射光 IR 利用としては最も進んでおり、生体試料のイメージングのほか、磁場や温度、湿度、延伸など多様な試料環境で測定する研究が進んでいる。

“FEL IR Spectroscopy”のカテゴリーでは、Plenary Talk として、Fritz Haber Institute の Dr. A. Paarmann から、SFG (sum frequency generation) を利用した超高空間分解能顕微鏡の紹介と、ATR 配置でエバネッセント波と表面ポラリトンのカップリングを利用して運動量空間における高分解ポラリトンマッピングの紹介があった。Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf の Dr. T. Oliveira からは、ドイツの施設である TELBE の THz 光を利用した非線形光学効果や近接場イメージングに関する報告が行われた。京都大学の Dr. H. Zen は、日本の施設である KU-FEL において、電子バンチから光を取り出す効率を向上させる技術について報告した。オランダの FELIX を利用した研究では、Dr. J. Oomens から Mass Spectroscopy と IR スペクトルの併用による分

子構造同定の手法に関する研究について、Dr. A. Kirilyuk から磁性を持つガーネットフィルムのフォノンモードを励起することにより結晶格子を操作して磁氣的性質を高速でスイッチさせる研究について発表があった。Trieste の Dr. A. Perucchi はイタリアの TeraFERMI を利用した 2 次元層状物質の非線形光学応答の研究を発表した。更に、KEK の Dr. T. Kawasaki は医学利用の例として、アルツハイマー病の原因と目されている  $\beta$  シート構造のアミロイド線維に IR-FEL を照射して解離させる研究を報告した。

“IR Sources”のカテゴリーでは、KEK の Dr. Y. Honda から cERL を利用した THz 域の誘導放射について発表があり、更に KEK の Dr. R. Kato からは同じく cERL を用いた中赤外領域の FEL について発表があった。これまでにない新しい IR 光源であり、その利用に関する質問も活発にかわされた。また今回の WIRMS では、IR 以外の光を利用した研究についても、強く関連する研究としてプログラムに含まれた。名古屋大学の Dr. M. Fushitani は、EUV (Extreme ultraviolet) 領域の FEL を利用して分子原子の非線形現象に関する研究を発表した。理化学研究所の Dr. H. Minamide からは、電子加速に利用可能な高強度 THz 光発生技術について発表があった。大阪大学の Mr. R. Ikeda は、THz レーザーを強磁性体  $\text{Co}_3\text{Sn}_2\text{S}_2$  に照射し、光の電場によって形成されるコヒーレントな電子運動について発表した。JASRI の Dr. T. Manjo は、meV のエネルギー分解能を持つ X 線非弾性散乱によるフォノンの分散曲線観測について報告した。いずれも WIRMS の主題である加速器ベースの IR 利用ではないが、手法やメカニズムについて活発な議論がかわされた。

会議 2 日目夜のポスターセッションは 17 名が発表者として参加し、Zoom の Breakout Room を利用して完全オンラインで行なった。セッションの最初に全体会議として、各 2 分の Short Presentation をお願いした。時間超過を心配したがこれは全くなく、全て時間通り発表して、ポスターセッションの個別議論に十分な時間をあてることができた。BESSY-II の Dr. L. Puskar が発表した文化財の解析や、DIAMOND の Dr. M. Frogley が発表した気液界面測定のためのセル開発などが特に注目を集め、終始活発な議論を行うこと

ができた。

### 3. 施設見学

会議最終日の 10 月 9 日は、広島大学放射光科学センター (HISOR) への施設見学を行った。参加者はチャーターされたバスを利用しグランドプリンスホテル広島から広島大学東広島キャンパスに移動した。HiSOR は周長 22 m、電子エネルギー 700 MeV の小型加速器である。海外では大型施設建設に伴うシャットダウンで希少となっている小型放射光施設は WIRMS の参加者にとっても興味深いものであったようで、小型の加速器やビームラインを熱心に見学していた。残念ながら HiSOR には赤外のビームラインはないが、角度分解光電子分光、スピン分解光電子分光、真空紫外円二色性及び軟 X 線円二色性の 4 つのビームラインで担当職員が説明を行い、熱心な質疑応答が行われた。見学後、大学内のレストランで昼食を取り、その後、酒どころとして有名な西条 (東広島市) の酒蔵通りの散策に出かけたが、偶然にも西条の「酒まつり」が開催中であり、大勢の市民や観光客に交じって酒蔵の見学や試飲を楽しむことができた。大変な人込みの中、一人の迷子も出さずに散策を終えられたのは奇跡と言ってよいであろう。

### 4. おわりに

会議の様子を伝える写真を図 1、図 2 に示す。参加者人数は、93 名 (国内 42 名、海外 51 名、16 カ国) であった。このうち、会議場に直接参加したのは、48 名 (国内 30 名、海外 18 名) であった。全体参加人数は、COVID19 以前にブラジルやイギリスで開催された会議と同程度であった。今回の開催期間は、水際対策が緩和される直前で、海外からの参加には VISA 取得が義務付けられていた。会議負担で VISA 取得手続きのサポートを行ったり、ハイブリッド開催にしたりしたことは、参加人数の確保に一定の効果があったと思われる。次回の WIRMS はスペインのバルセロナで開催されることが決定した。2 年後には多くの参加者が現地に集い、盛況な会議が催されることを願っている。

COVID19 の影響で長い準備期間を経て、様々な困難を乗り越えながら無事会議を終えることができた

ことについて、参加者の皆様と、会議参加登録システムを担当した田岡智志氏、VISA サポートと施設見学を担当した下岡憲子氏、以下の共催・協賛・後援・組織委員の皆様と、この場をお借りして、深く御礼申し上げます。

共催：高輝度光科学研究センター、広島大学放射光科学研究センター、分子科学研究所極端紫外光研究施設、京都大学エネルギー理工学研究所、大阪大学産業科学研究所

協賛：日本万国博覧会記念基金事業、テラヘルツ科学技術振興基金事業、広島観光コンベンションビューロー、ジャパンハイテック株式会社、株式会社日本サーマル・コンサルティング、フラクシ株式会社、ブルカージャパン株式会社、attocube systems AG、メンローシステムズ株式会社、有限会社アミスター

後援：日本放射光学会

組織委員（敬称略）：木村真一（大阪大学）、岡村英一（徳島大学）、全炳俊（京都大学）、築山光一（東京理科大学）、南出泰亜（理研）、柏木茂（東北大学）、田中清尚（分子研）、森脇太郎（JASRI）、脇田高德（岡山大学）、入澤明典（立命館大学）

\*本稿著者の池本は Chair、加藤は Vice-Chair を務めました。



図1 集合写真



図2 会場写真

池本 夕佳 IKEMOTO Yuka

（公財）高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 分光推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0833  
e-mail : ikemoto@spring8.or.jp

加藤 政博 KATO Masahiro

広島大学 放射光科学研究センター  
〒739-0046 広島県東広島市鏡山 2-31-3  
TEL : 082-424-6293  
e-mail : mkatoh@hiroshima-u.ac.jp  
分子科学研究所 極端紫外光研究施設  
光源加速器開発研究部門  
〒444-8585 愛知県岡崎市明大町字西郷中 38  
TEL : 0564-55-7402  
e-mail : mkatoh@ims.ac.jp

## フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 第12回研究発表会

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体  
代 表 小島 優子  
運営委員長 竹中 幹人

### 1. はじめに

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 (FSBL) は第12回研究発表会を2023年1月10日~11日の2日間に亘り開催した。

FSBLは、ソフトマターの分野で日本を代表する企業と大学によって、放射光利用によるソフトマターの研究開発の発展を目指して結成された連合体である。

(国研) 理化学研究所と(公財) 高輝度光科学研究センターの多大なご協力のもと大型放射光施設 SPring-8 の BL03XU に、日本で初めてのソフトマター研究開発専用ビームラインを設置した。2010年4月より供用を開始し、2019年9月に第1期の活動を終了した。現在、FSBLは2019年10月より第2期となり、活動を継続させている。これらの活動により創出された研究成果を、広く一般に発表するとともに、参加メンバー間での情報を共有し、さらに効果的かつ高度な成果を輩出するため、年に1回研究発表会を開催している。

今回の第12回研究発表会より、全15グループの研究発表を行うこととし、2日間での開催とした。また、高分子研究の最先端研究の紹介頂く特別講演も2件実施した。

以下にその概要を示す。

### 2. 開会の挨拶

FSBL代表 小島優子(三菱ケミカル)より、研究発表会の開会が宣言され、4名の来賓よりご挨拶を頂戴した。

まず、文部科学省 科学技術・学術政策局 研究環境課 古田裕志課長より、産学連携での新たな取り組みで多くの成果が創出されており、またこれらの取り組みが竣工間近のナノテラスをはじめとした多くの研

究機関や大学、企業などに多大な影響を及ぼしており、さらなる成果創出が期待されているなど、ご挨拶の言葉を頂いた。続いて(国研) 理化学研究所 放射光科学研究センター 石川哲也センター長より、第1期の10年間で特徴のある有意義な成果が多く創出されてきたが、今後の更なる飛躍のためにも、新たな運営体制への変革も検討されており、今後のFSBLの活動に多くの期待が寄せられていることなど、ご挨拶の言葉を頂いた。さらに、(公財) 高輝度光科学研究センター 雨宮慶幸理事長より、設立~運用開始から12年が経過し、様々な状況を乗り越え前進し、今後も新たな取り組みを行うことにより、多くの成果創出が期待されることなど、ご挨拶の言葉を頂いた。最後に、FSBL 企画戦略アドバイザーで(一社) 光科学イノベーションセンター 高田昌樹理事長より、FSBL 設立に多大な功績を頂いた故堀江一之初代学術諮問委員長の理念と希望を引き継ぎ、更なる発展を期待している旨、挨拶のお言葉を頂いた。

引き続き FSBL 運営委員会委員長 竹中幹人(京都大学)より、FSBL の概要、沿革、最近の活動についての紹介を行った。

最近の大きなトピックスとしては、2020年度に実施されたハイスループット化により、より効率的なビームライン運用が可能となり、より効率的に高度な実験を実施することが可能となった。また、ビームラインサポート体制の見直し及び安全管理体制を強化したことにより、安全管理の徹底だけでなくビームライン整備に関する要望などをユーザーから集めることができ、随時改善することができている。これらを踏まえ2022年12月に実施されたFSBL第2期中間評価においても、FSBL 参画メンバー一丸となり報告書類を完成させた事などが報告された。



写真1 高原淳教授 特別講演。



写真2 FSBL メンバーの発表 (住友ベークライト)。

### 3. 講演会第1部

FSBL 副代表 小池淳一郎 (DIC) を座長とし、研究発表会講演会第1部を開始した。

まず特別講演として、九州大学 ネガティブエミッションテクノロジー研究センター 高原淳特任教授より「高分子材料の環境劣化とマイクロプラスチック」についての講演を頂いた。ご講演では、マイクロプラスチックの形成過程と高分子劣化機構を解明し、劣化の制御可能な新しい高分子材料を創る試みに関する研究のご紹介を頂いた (写真1)。

引き続き、旭化成グループより「非溶媒誘起相分離過程の紡糸 *in-situ* SAXS 解析」、関西学院大学グループより「BL03XU の授業活用による人材育成の実践」についての報告が行われた。

### 4. 講演会第2部

FSBL 広報委員 田口健 (広島大学) を座長とし、2017年度よりグループの枠組みを超えた先進研究を目指すプログラムであるアドバンスチャレンジ課題の2021年度実施実績を代表して、東京大学大学院 農学生命科学研究科 生物材料科学専攻 加部泰三助教より、「多糖誘導体であるカードランプロピオネートの溶融紡糸過程における結晶構造形成」の研究紹介が行われた。

引き続き、4つのFSBLメンバーグループより、研究発表が行われた。

住友ベークライトグループより「電子材料用ネットワークポリマーの高次構造解析」、ブリヂストングル

ープより「天然ゴムを平面伸長した際の亀裂周辺でのマイクロビーム広角X線回折マッピング」、三菱ケミカルグループより「直鎖状エチレン系アイオノマーの構造解析」、東レグループより「Poly (ethylene terephthalate) 繊維延伸時の構造形成と延伸繊維の引張強度」の報告が行われた (写真2)。

研究発表会第1日目のプログラムは以上となり、FSBL 運営委員会副委員長 秋葉勇 (北九州市立大学) より、1日目の閉会の挨拶を行った。

### 5. 講演会第3部

FSBL 広報委員 蟹江澄志 (東北大学) を座長とし、3つのFSBLメンバーグループより研究発表が行われた。

横浜ゴムグループより「時分割超小角X線散乱法を用いた一軸伸張下におけるSBR中silicaの分散状態の変化に関する研究」、デンソーグループより「斜入射X線光子相関分光法による熱硬化エポキシ樹脂薄膜硬化過程のダイナミクス評価」、帝人グループより「pH調整したゼラチンゲルの広角及び小角X線散乱と動的粘弾性解析」についての報告が行われた。

引き続き、ビームライン担当 増永啓康研究員 ((公財) 高輝度光科学研究センター) より「ビームタイムの高効率化利用のための整備」と題し、2022年度に実施したビームラインの整備及び今後の計画について報告がなされた。

休憩をはさみ特別講演として、京都大学 化学研究所 材料機能化学研究系 高分子材料設計化学研究領



写真3 辻井敬亘教授 特別講演。

域 辻井敬亘教授より「濃厚ポリマーブラシのソフト&レジリエント・トライボロジー—異分野・産学連携による展開—」と題し、ご講演を頂いた。ご講演では、「濃厚ポリマーブラシ」を例に、柔軟性・強靱性（復元性）・低摩擦性（高潤滑性）を鍵として発現する「ソフト&レジリエント・トライボロジー」特性についての説明とともに、「ハードからソフトへのパラダイムシフト」を目指して産学連携で取り組んできた研究成果をご紹介頂いた（写真3）。

#### 6. 講演会第4部

FSBL 広報委員 西辻祥太郎（山形大学）を座長とし、3つのFSBLメンバーグループより研究発表が行われた。

東洋紡グループより「アイソタクチックポリプロピレン  $\alpha$  相結晶の秩序性と融解再結晶化」、三井化学グループより「結晶性高分子のサブミクロンスケールの不均一構造の研究」、住友ゴムグループより「X線小角散乱-CT法によるフィラー充填系ゴム材料のフィラー不均一評価」の報告が行われた。

#### 7. ポスター発表

FSBLメンバー15グループと2021年度に実施したアドバンスチャレンジ課題を合わせて24件のポスター発表が行われた。

ポスター発表は現地会場でのみの実施とし、発表者は2組に分かれ、ポスター発表時間を前半と後半に分けて開催した（写真4）。

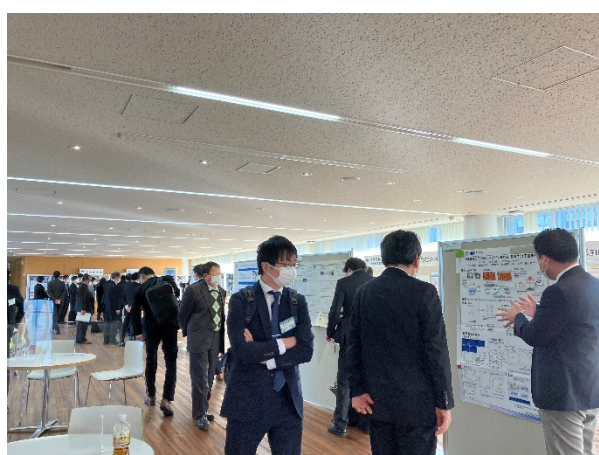


写真4 ポスター発表。

今回はオンライン参加者がポスター発表に参加できなかったため、次回以降のポスター発表の開催方法について検討する。

#### 8. 講演会第5部

引き続き、FSBL 広報委員 西辻祥太郎（山形大学）を座長とし、3つのFSBLメンバーグループより研究発表が行われた。

DICグループより「高分子電解質薄膜の調湿環境下におけるGI-SAXS/WAXS測定」、クラレグループより「表面性状が異なるフェムドシリカの混合による高分子コンジットの粒子分散状態と粘弾性特性」、住友化学グループより「逆空間の三次元測定によるポリプロピレン成形体の構造解析手法の検討」の報告が行われた（写真5）。

以上を以て、すべての発表が終了した。

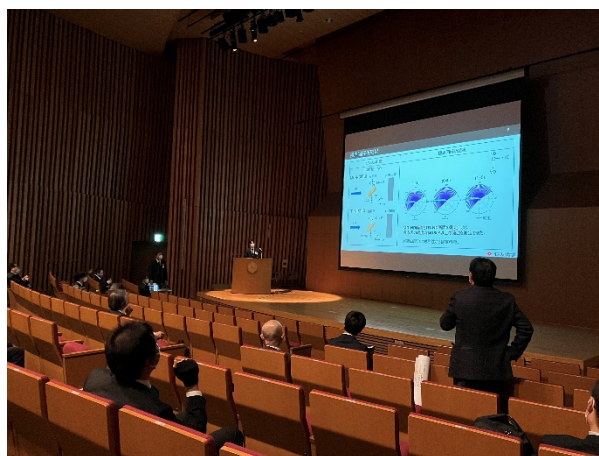


写真5 FSBLメンバーの発表（住友化学）。

## 9. 総括

FSBL 学術諮問委員長 金谷利治(京都大学名誉教授)ならびに FSBL 堀江賞選定委員会・産学連携将来高度化委員長 田代孝二(豊田工業大学名誉教授)より、既発表の論文と当該発表との関連を明らかにして発表を行うことが望ましいなどのコメントを頂戴し、引き続き活発な活動が FSBL で実施されるとともに、多くの成果が創出されることを祈念する旨、お言葉を頂いた。

## 10. 閉会の挨拶

FSBL 学術諮問委員 西敏夫(東京大学・東京工業大学名誉教授)より、コロナ禍やウクライナ情勢など不安定な状況が続くが、設立当初の理念を再確認し、新たな産学連携の形でより先端的な研究の実施と成果創出を期待する旨、閉会の挨拶を頂いた。

## 11. まとめ

今回は、京都大学宇治おうばくプラザと Zoom でハイブリッド開催とし、現地参加者 78 名、オンライン参加者 76 名、合計 154 名となり、FSBL の活動を広く多くの方々に報告することができた。

また、新型コロナウイルスの感染拡大状況を鑑み、懇親会は中止としたが、ハイブリッド開催としたこと、今回より質疑応答の時間を前回までの 5 分から 10 分に増やしたことにより、活発な議論を行うことができ、さらに FSBL メンバー間での情報交換や今後の活動についての意見交換を行うこともできた(写真 6)。



写真 6 質疑応答の様子。

## 謝辞

FSBL 第 12 回研究発表会は、下記の 15 団体より協賛を頂いた。深く感謝申し上げる次第である。

- ・(国研) 理化学研究所 放射光科学研究センター
- ・(公財) 高輝度光科学研究センター
- ・(一財) 光科学イノベーションセンター
- ・(一財) 総合科学研究機構 中性子科学センター
- ・(公社) 高分子学会
- ・(一社) 繊維学会
- ・(一社) 日本ゴム協会
- ・(公社) 日本化学会
- ・日本中性子科学会
- ・日本放射光学会
- ・産業用専用ビームライン建設利用共同体 (サンビーム共同体)
- ・京都大学産官学連携本部電気自動車用革新型蓄電池開発(京大ビームライン)
- ・東京大学シンクロトロン放射光連携機構(東大ビームライン)
- ・(株) 豊田中央研究所(豊田ビームライン)
- ・(公財) ひょうご科学技術協会(兵庫県ビームライン)

今回会場として京都大学宇治おうばくプラザをお借りし、竹中研究室のスタッフ・学生の皆様のご協力により、ハイブリッド開催とすることができました。ご協力に深謝いたします。

### 小島 優子 KOJIMA Yuko

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体  
〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-1911  
e-mail : fsbl@spring8.or.jp

### 竹中 幹人 TAKENAKA Mikihito

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体  
〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-1911  
e-mail : fsbl@spring8.or.jp

## 2023A 期 SACLA 利用研究課題の採択について

登録施設利用促進機関

公益財団法人高輝度光科学研究センター

利用推進部

高輝度光科学研究センター（JASRI）の SACLA 利用研究課題審査委員会（SACLA PRC）において、SACLA の供用運転開始以降第 22 期目に当たる 2023A 期（2023 年 4 月～2023 年 7 月）の利用研究課題応募 64 課題を審査しました。

さらに、当該審査結果について SACLA 選定委員会の意見を聴き、JASRI として 48 課題を採択しました。

### 1. 募集、審査及び採択等の日程

2023A 期の課題募集、審査及び採択は、以下のスケジュールを経て行われました。

(2022 年)

9 月 29 日 ホームページで募集案内公開

11 月 2 日 応募締切

～この間、審査基準に即した各課題の個別審査を実施～

12 月 20 日 第 24 回 SACLA PRC（総合審査）

(2023 年)

1 月 16 日 第 27 回 SACLA 選定委員会（審査結果の意見聴取）

1 月 20 日 JASRI として採否決定、結果通知

4 月 10 日 2023A 期利用開始予定

### 2. 応募、採択及びビームタイム配分状況

2023A 期の応募課題数は 64、採択課題数は 48 でした。また応募課題は全て一般課題／成果非専有利用でした。ビームライン別・申請者所属別の応募・採択課題数を表 1 に、採択された課題の要求シフト数及び配分シフト数を表 2 に示します。

採択 48 課題に対しビームタイムは計 248 シフト（1 シフト＝12 時間）が配分されました（フィジビリティチェックビームタイム（FCBT）0.5 シフトを含む）。配分シフト数を含む採択 48 課題の一覧は、以下の Web サイトに掲載しています。

#### ◆ SACLA User Information

> SACLA Guide > 採択課題／実施課題

> 採択課題一覧 > 2023A

[http://sacla.xfel.jp/wp-content/uploads/sacla\\_approved\\_proposal\\_2023a\\_j.pdf](http://sacla.xfel.jp/wp-content/uploads/sacla_approved_proposal_2023a_j.pdf)

表 1

(単位：課題数)

ビームライン	産業界		大学等 教育機関		国公立試験 研究機関等		海外機関		合計		採択率
	応募	採択	応募	採択	応募	採択	応募	採択	応募	採択	
BL1			3	2	4	2	3	2	10	6	75%
BL2/BL3	1	0	23	20	7	7	23	15	54	42	
合計	1	0	26	22	11	9	26	17	64	48	

表 2

(単位：シフト数)

課題種	A		B		C		C/A 配分率 (採択配分/ 応募要求)	C/B 配分率 (採択配分/ 採択要求)
	応募課題 (64 課題) の 全要求シフト数	採択課題 (48 課題) の 全要求シフト数	採択課題 (48 課題) の 全配分シフト数	採択課題 (48 課題) の 全配分シフト数	採択課題 (48 課題) の 全配分シフト数	採択課題 (48 課題) の 全配分シフト数		
一般課題 (成果非専有)	398.5	301.5	301.5	248	248	62%	82%	
一般課題 (成果専有)	-	-	-	-	-	-	-	
合計	398.5	301.5	301.5	248	248	62%	82%	



なお、成果を公表しない成果専有課題のうち、定期的な募集の締切によらず随時応募・受付される時期指定課題利用制度を 2016B 期より導入しています。また、成果を公表する成果非専有課題のうち、公共的かつ緊急性を有する極めて重要な研究を対象とした緊急課題制度を 2020A 期より導入しました。当該課題は、いずれも基本的に利用期中に申請・審査のうえ実施されることから、申請・実施があった場合は、利用期終了後に結果として応募課題数・採択課題数に追加されます。

公益財団法人  
高輝度光科学研究センター 利用推進部  
TEL : 0791-58-0961  
e-mail : sacla.jasri@spring8.or.jp

## 2017 年度指定パートナーユーザー事後評価報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

パートナーユーザー制度は、SPring-8 の共同利用ビームラインの更なる高度化および優れた成果の創出を推進するために、2014A 期から 2021A 期まで運用され、パートナーユーザー（以下「PU」という）は、公募・審査を経て指定されました。

PU の事後評価は、PU 審査委員会において、あらかじめ提出された PU 活動終了報告書に基づいた PU による発表と質疑応答により行われました。事後評価の着目点は、PU としての (1) 目標達成度、(2) 活動成果（装置整備・高度化への協力、科学技術的価値および波及効果、ユーザー開拓および支援、情報発信）です。今回は、2017 年度指定の PU2 名について、事後評価（2022 年 6 月 29 日開催）を行いました。

以下に PU 審査委員会がとりまとめた評価結果等を示します。研究内容については本誌の「最近の研究から」に PU による紹介記事を掲載しています。

### 1. 大阪公立大学（三村 功次郎）

#### (1) 実施内容

研究テーマ：強相関電子系における量子臨界現象解明のための共鳴硬 X 線光電子分光および発光収量 X 線吸収分光の複合計測技術の構築

高度化：共鳴硬 X 線光電子分光計測技術の基盤開発  
利用研究支援：当該装置を用いた利用実験の支援

#### (2) ビームライン：BL09XU

#### (3) 指定期間：2017 年 4 月 1 日～2021 年 3 月 31 日

#### (4) 評価コメント

本 PU 課題は、希土類化合物など強相関電子材料を中心とした物質の電子状態研究に対して、硬 X 線領域で共鳴光電子分光法を利用するため開発研究である。

HAXPES 計測を任意の励起エネルギーで行うための光学系を中心とした整備に加えて、分光器と連動して自動でデータ収集を行うための計測ソフト、さらには、測定結果の解析環境整備までを一貫して達成することが目標に掲げられている。

任意の励起エネルギーで光電子分光測定を行うための課題であった定置出射を実現するために、ナローギャップのチャンネルカット結晶の設計・導入などが、施設スタッフの支援のもとで第一期の PU 課題期間に進められている。光学系の開発に関しては、結果的にビームライン再編で別のものに置き換わってしまったが、本 PU 課題での先行研究の結果は、ビームライン再編における機器設計にも活かされている。また、測定の自動化や解析ソフトの開発といった計測の利便性向上につながる整備をビームラインスタッフと連携して実施し、実用可能なレベルまで整備した点は評価できる。

学術利用では、Eu 化合物を対象とした共鳴光電子分光および CIS スペクトルからクーロン斥力を決定することに成功している。それにより、希土類化合物の価数揺動に起因する新奇量子臨界現象について理論と実験の両面からの研究が進められ、学術的にも重要な成果が得られている。実施グループが大きく、PU 課題メンバーと一般利用者の区別がはっきりしないという点はあるものの、利用申請から解析まで一貫した支援が多数行われており、利用支援も着実に実施されている。新規利用者開拓については、共鳴光電子分光の利用課題数の増加が統計データから確認できる。一方で、成果発表については、期間を通じた論文発表は利用支援者を含めても 2 報しかなく、プレスリリースなどの普及啓発も含めて、今後の成果発信に期待したい。

以上により、共鳴光電子分光に関わる測定から解析までの環境を一貫して整備するという当初目標は、概

ね達成されたものと判断する。今後のさらなる分野拡大に期待したい。

## 2. 廣瀬 敬 (東京工業大学)

### (1) 実施内容

研究テーマ：超高压高温ダイヤモンドセル実験の  
展開

高度化：極限環境下における X 線回折複合計測技術  
の高度化

利用研究支援：当該装置を用いた利用実験の支援

### (2) ビームライン：BL10XU

### (3) 指定期間：2017 年 4 月 1 日～2021 年 7 月 31 日

### (4) 評価コメント

本 PU 課題は、高压構造物性ビームライン (BL10XU) において、アンジュレータの更新とレーザー加熱光学系の改良の 2 つの高度化を実施し、高温高压下での液体の挙動を研究する環境整備を通じて、初期地球状態の解明を目指したものである。

まず高度化では、BL10XU での利用実験に最適化したアンジュレータを導入し、2 結晶分光器への熱負荷を軽減し X 線集光の安定化に成功した。これを発展させ、300 nm の高解像度 3 次元イメージングシステムを構築した。また、改良されたレーザー加熱光学系では以前の 10～100 倍程度高速に温度が計測でき、特に融解温度の正確な決定が可能となった。これらは目標の達成度は十分と評価する。

本 PU 課題の高度化と並行して実施された利用実験では、新たに開発した高压下液体の密度精密測定・解析手法を用いて高压下液体 Fe の密度の決定、地球深部物質の熱伝導率の精密決定、コア・マントル物質の融解曲線の決定、コアの結晶化と軽元素組成の制約など、先駆的で重要な成果が創出されている。これに関連して出版された 26 の原著論文と 10 件の受賞とあわせて、本 PU の利用実験を高く評価する。

今回高度化されたアンジュレータやレーザー加熱光学系および様々な計測・解析技術は、BL10XU を利用する多くのユーザーが恩恵を受けており十分な波及効果が認められる。より直接的なユーザー支援の面

でも PU 課題に期待されるレベルに達している。一方で、ユーザー開拓や分野拡大に関する活動では、期待をやや下回った。論文発表やプレスリリースを通じた情報発信は十分と評価するが、本 PU 課題の研究成果は一般にも広く関心を持たれるテーマなので、より広い層に向けた積極的な情報発信を期待する。

まとめると、ユーザー開拓・分野拡大に関しては期待をやや下回ったが、PU 課題に求められる利用者支援、多くの論文発表やプレスリリースを通じた情報発信、そして BL10XU にて実施された高度化および利用実験から多くの特筆すべき成果が得られている点を考慮して、本 PU 課題を高く評価する。

## 2019 年度指定パートナーユーザー事後評価報告 - 2 -

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

パートナーユーザー制度は、SPring-8 の共同利用ビームラインの更なる高度化および優れた成果の創出を推進するために、2014A 期から 2021A 期まで運用され、パートナーユーザー（以下「PU」という）は、公募・審査を経て指定されました。

PU の事後評価は、PU 審査委員会において、あらかじめ提出された PU 活動終了報告書に基づいた PU による発表と質疑応答により行われました。事後評価の着目点は、PU としての (1) 目標達成度、(2) 活動成果（装置整備・高度化への協力、科学技術的価値および波及効果、ユーザー開拓および支援、情報発信）です。今回は、2019 年度指定の PU4 名（指定期間：2019 年 4 月 1 日から 2021 年 7 月 31 日まで）について、事後評価（2022 年 6 月 21 日および 29 日開催）を行いました。

なお、2019A 期に採択された 4 名のうち、2 名の評価結果は 2022 秋号に掲載、もう 1 名の評価結果は次号以降に掲載する予定です。

以下に PU 審査委員会がとりまとめた評価結果等を示します。研究内容については本誌の「最近の研究から」に PU による紹介記事を掲載しています。

### 1. 河野 義生（愛媛大学）

#### (1) 実施内容

研究テーマ：大容量プレスを活用した動的地球深部科学の開拓

高度化：高圧下ダイナミクス測定に向けた時分割測定基盤の整備

利用研究支援：当該装置を用いた利用実験の支援

#### (2) ビームライン：BL04B1

#### (3) 評価コメント

本 PU 課題は、大容量プレスを備える BL04B1 にお

いて、回折とイメージング、AE 等を組み合わせた複合測定の高高度化、高圧変形・破壊実験の高高度化、高圧下液体実験の高高度化などの装置高度化を行い、高圧化時分割測定による「動的」高圧測定という高圧地球科学の最先端研究の展開を狙ったものである。

装置の高度化については、回折/イメージング切り替え高速化に係る改造、および、新たな検出器とカメラの導入等による高い時間分解能での時分割複合測定等を可能にし、圧力範囲の拡大や粘弾性測定の精度向上など、一部においては当初計画の範囲を超えて、目標を達成した。全体に装置整備の質が高かったこともあり、装置の高度化が期待以上に達成されている。装置を用いた利用実験についても、計画に掲げた高圧変形・破壊実験による地震発生メカニズム研究、高圧下液体実験による地球内部のマグマの挙動研究の両者において新たな知見を得ている。一方は論文化されており、もう一方も準備中であることに加えて、金属ガラスの研究など地球科学以外の分野でも論文化される成果を得ている。論文数自体は今の時点では少数だが、重要な先駆的成果自体は挙がっており、期待以上に成果を得たと言える。本課題により、世界水準の価値のある高度化を成し遂げ、利用実験への成果につながっている。

ユーザー支援においても、国内外の地球科学の分野を超えたユーザーも取り込んだうえで、成果も出しており、評価できる。コロナ禍の状況下でよく支援を行い、ユーザーも拡大し、論文成果も得ている。なお、ユーザー開拓については、高圧 X 線実験を行わない地質科学ユーザーなどについてその原因を分析するなどして利用範囲を拡大することも検討してもらいたいという意見もあった。

装置の高度化や研究成果の情報発信については、一定の貢献が認められるが、地震学を中心とした地球科学分野は、社会的にも関心が高い分野であり、今回の

高度化も極めてレベルが高いので、より一層積極的に行われることを期待する。

全体として、本 PU 課題は、十分な基盤整備を行い SPring-8 における測定能力を向上させると共に、自身のグループの研究を発展させ、コロナ禍の中でユーザー支援、ユーザー拡大にも尽力し、成果を得ており、高く評価される。

## 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

### ◎2022年10～12月の運転実績

SPring-8は10月2日から12月16日までセベラルバンチ運転で第4サイクルの運転を実施した。

第4サイクルでは、ID16形状変換部冷却水配管からの漏水による真空悪化対応のための停止等があったが、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4サイクルは約0.3%であった。

#### 1. 装置運転関係

##### (1) 運転期間

第4サイクル(10/2(日)～12/16(金))

##### (2) 運転時間の内訳

第4サイクル

運転時間総計 約1,801時間

①装置の調整およびマシンスタディ等 約241時間

②放射光利用運転時間 約1,554時間

③故障等によるdown time 約5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0.3%

##### (3) 運転スペック等

第4サイクル(セベラルバンチ運転)

- ・203 bunches (A)
- ・406 × 11/29-bunches + 1 bunch (H)
- ・11 bunch train × 29 (C)
- ・11 bunch train × 29 (C)
- ・4/58 filling + 53 bunches (G)
- ・203 bunches (A)
- ・1/14 filling + 12 bunches (F)
- ・1/14 filling + 12 bunches (F)

・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SACLA入射、Top-Upモードで実施。
- ・蓄積電流 8 GeV、～100 mA

#### (4) 主なdown timeの原因

- ・ID16形状変換部冷却水管からの漏水対応(収納部内作業)
- ・軌道補正用電磁石電源トラッキングエラー、過電圧による電源OFF(ビーム軌道変動によるアボート)

#### 2. 利用関係(JASRI利用推進部集計)

##### (1) 放射光利用実験期間

第4サイクル(10/7(金)～12/15(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	15本
理研ビームライン	13本

第4サイクル(暫定値)

共同利用研究実験数	918件
共同利用研究者数	3,734名
専用施設利用研究実験数	435件
専用施設利用研究者数	1,646名

### ◎2022年12～2023年1月の運転実績(停止期間)

SPring-8は12月17日から1月12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

業を行った。

(冬期点検調整期間中の主な作業 (実績))

(1) 蓄積リング関係

- ・電磁石運転前連続通電作業 (1/10～)
- ・電磁石、電磁石電源等定期点検
- ・SR 入射用バンプ電源 BP4 誤爆調査
- ・SR 四極電源平滑コンデンサ更新
- ・真空系作業および点検、交換作業
- ・マスターオシレータ交換
- ・クライストロン冷却水配管組替 (C-st)
- ・RF 電源冷却水熱交換器交換 (B-st)
- ・DCCT モニター回路交換および校正
- ・差動 CT 回路取出および設置作業
- ・XSBT スクリーンモニター動作確認
- ・インターロック機器定期点検 (BL38B2)
- ・データベースおよびネットワーク関連作業
- ・中立開発系ファイルサーバー更新
- ・MTCA.4 計算機メンテナンス
- ・無線ネットワーク整備 (収納部上部等)
- ・BL インターロックシステム劣化対策
- ・BL インターロック自主検査 (劣化対策 BL)
- ・BL インターロックソフトウェアメンテナンス
- ・ID 関連作業/スパイラル管交換 (ID11、16、24)
- ・ID 搬出入および移動作業
- ・FE 関連作業/FE 定期検査 (駆動系検査)
- ・BL 改造工事 (BL46XU、他)
- ・BL 関連作業 (LN2、ハッチ内作業等)
- ・光学系・輸送チャンネル関係作業
- ・K 型ポンプ定期点検、LN2 フィルタ撤去作業等
- ・その他作業および定期点検等

(2) ユーティリティ関係

- ・電気設備保守点検および整備作業
- ・冷却水設備保守定期点検および整備作業
- ・空調用設備保守点検および整備作業
- ・天井クレーン月次点検作業
- ・消防設備等点検 (放送設備等)

(3) 安全管理関係

- ・運転停止後の残留サーベイ (12/16)
- ・特例区域設置 (12/17～1/12)
- ・放射線監視設備定期点検

- ・放射線モニタ更新工事

(4) その他

- ・空調機等間引き運転 (長期停止期間節電対策)
- ・施設建屋、外構関連小工事等
- ・長尺ビームライン実験施設/LED 化 (実験ホール)
- ・長尺ビームライン実験施設/昇降機更新工事
- ・構内全域 NTT 電話線引込工事 (クラウド化対応)

◎2023 年 1～2 月の運転予定

SPring-8 は 1 月 13 日から 2 月 17 日までセベラルバンチ運転で第 5 サイクルの運転を予定している。

第 5 サイクルの運転実績については次号にて掲載する。

◎今後の予定

2 月 18 日から 4 月 4 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。

2023 年度の加速器運転 (第 1 サイクル) は 4 月 5 日からを予定している。

(\*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 (2022年12月31日現在)

SPring-8

Beamline Name		Public Use Since	~2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	Total	
Public Beamlines	BL01B1	XAFS I	1997.10	556	74	92	75	87	94	82	86	105	86	71	1408
		Technical Journal		1											1
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis	1997.10	170	36	42	36	44	40	30	48	55	58	38	597
	BL02B2	Powder Diffraction	1999.9	646	96	71	82	95	80	75	80	112	73	76	1486
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research	1997.10	212	20	19	16	16	15	17	19	13	11	7	365
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction	1999.9	245	28	33	38	43	30	42	41	60	32	49	641
		Technical Journal			1							1			2
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering	1997.10	167	15	13	19	16	16	14	11	18	25	14	328
	BL09XU	HAXPES I	1997.10	136	15	15	18	16	19	28	14	11	14	11	297
	BL10XU	High Pressure Research	1997.10	355	21	30	28	30	28	26	33	33	23	25	632
	BL13XU	X-ray Diffraction and Scattering I	2001.9	172	16	21	24	36	27	32	34	32	24	22	440
	BL14B2	XAFS II	2007.9	111	53	53	61	53	58	67	81	88	72	54	751
		Technical Journal		1	1	1						1	3		7
	BL19B2	X-ray Diffraction and Scattering II	2001.11	231	59	63	66	64	69	60	57	61	57	29	816
		Technical Journal		1	1	1	2			2	1	1			9
	BL20B2	Medical and Imaging I	1999.9	241	28	25	35	26	28	32	29	40	25	25	534
	BL20XU	Medical and Imaging II	2001.9	185	40	45	45	37	34	31	44	34	43	24	562
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid	1998.4	329	24	32	20	19	25	20	24	30	22	18	563
		Technical Journal		2											2
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry	1998.5	331	41	35	25	36	27	26	16	41	17	12	607
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction	1999.9	121	21	18	21	19	25	20	16	26	15	16	318
	BL35XU	Inelastic and Nuclear Resonant Scattering	2001.9	95	14	13	16	15	15	14	8	21	17	11	239
	BL37XU	Trace Element Analysis	2002.11	133	32	28	35	29	29	29	24	34	21	17	411
		Technical Journal				1									1
	BL38B1	Structural Biology III	2000.10	488	62	48	65	59	38	31	31	29	30	12	893
	BL39XU	Magnetic Materials	1997.10	213	20	25	19	24	30	20	19	29	22	14	435
	BL40B2	SAXS BM	1999.9	425	70	55	55	60	54	55	63	53	67	53	1010
		Technical Journal			1		1					1			3
	BL40XU	High Flux	2000.4	120	37	21	32	42	30	35	52	30	39	30	468
		Technical Journal									1				1
BL41XU	Macromolecular Crystallography I	1997.10	807	84	56	60	68	58	51	41	46	35	15	1321	
BL43IR	Infrared Materials Science	2000.4	88	10	11	17	14	23	10	21	29	21	21	265	
BL46XU	HAXPES II	2000.11	137	38	28	56	51	50	45	56	45	62	39	607	
	Technical Journal						1	1			1			3	
BL47XU	Micro-CT	1997.10	275	36	36	31	29	37	28	33	33	21	21	580	
	Technical Journal							1						1	
Public Use at Other Beamlines	BL05XU	R&D-ID	2017.4							3	7	9	8	2	29
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I (1999.3 - 2012.2)		13											13
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II (1998.4 - 2012.2)		47		1									48
	BL15XU	WEBRAM (2002.9 - 2012.2)		34		1									35
	BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy	2005.9	21	11	12	5	2	3	5	8	6	4	3	80
	BL19LXU	RIKEN SR Physics	2002.9	5		1	1	2	5	7	2	3	8	1	35
	BL22XU	JAEA Actinide Science I (2004.9 - 2012.2)		5	1										6
	BL23SU	JAEA Actinide Science II (1998.6 - 2012.2)		48	3	2						1	1		55
	BL26B1	RIKEN Structural Genomics I	2009.4	11	3	9	6	17	15	27	30	34	23	18	193
	BL26B2	RIKEN Structural Genomics II	2009.4	7	3	5	7	11	8	7	9	7	1	3	68
		Technical Journal						1							1
	BL29XU	RIKEN Coherent X-ray Optics	2002.9	13		1	1	2	2	3		1			23
	BL32XU	RIKEN Targeted Proteins	2010.10	10	8	9	16	8	15	16	14	13	6	5	120
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics	2020.8											1	1
	BL44B2	RIKEN Materials Science I	1998.5	14				6	5	2	6	6	3	1	43
BL45XU	RIKEN Structural Biology I	1997.10	99	7	9	13	20	10	7	16	19	25	17	242	
Subtotal				7316	1026	978	1044	1096	1042	997	1073	1207	1011	775	17565



Beamline Name		Public Use Since	~2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	Total	
Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterial	2009.11	14	24	21	14	17	23	9	19	20	12	8	181
		Technical Journal		35	42	39	36	33	31	28	28	34	24		330
	BL07LSU	The University-of-Tokyo Outstation Beamline for Materials Science (2009.11 - 2022.8)		12	10	13	12	19	19	16	21	13	15	16	166
		Technical Journal									1	2			3
	BL08B2	Hyogo BM	2005.9	5	7	9	5	6	11	5	7	11	10	10	86
		Technical Journal		7	1	18	7	4	4	1	3		1	1	47
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I		95	16	14	8	20	20	15	20	14	20	9	251
	BL12B2	NSRRC BM	2001.9	169	22	21	29	38	34	37	48	33	27	13	471
	BL12XU	NSRRC ID	2003.2	70	11	18	19	18	25	19	27	30	15	15	267
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II		138	10	15	19	17	23	20	21	26	27	24	340
	BL15XU	WEBRAM (2001.4 - 2021.9)		240	61	57	48	63	57	54	49	55	38	23	745
	BL16B2	SUNBEAM BM	1999.9	55	3	6	4	10	9	6	10	12	21	18	154
		Technical Journal		20	15	14	8	15	21	15	11	8	7	4	138
	BL16XU	SUNBEAM ID	1999.9	42	2	3	4	11	9	9	17	20	22	20	159
		Technical Journal		20	19	14	14	21	18	12	8	10	6	4	146
	BL22XU	JAEA Actinide Science I		81	14	19	15	14	15	26	25	18	27	24	278
		Technical Journal												1	1
	BL23SU	JAEA Actinide Science II		195	17	29	19	26	16	24	23	28	19	14	410
	BL24XU	Hyogo ID	1998.10	145	8	5	4	5	6	8	2	13	12	11	219
		Technical Journal		11	3	10	3	1	4		1	1	1		35
BL28XU	Advanced Batteries	2012.4		3	9	5	5	6	4	8	11	7	4	62	
	Technical Journal										1			1	
BL31LEP	Laser-Electron Photon II	2013.10			1		3	2	1	3	2		1	13	
BL32B2	Pharmaceutical Industry (2002.9 - 2012.3)		27			1					1			29	
BL33LEP	Laser-Electron Photon	2000.10	51	4	4	2	2	3	5	2	1	1		75	
BL33XU	TOYOTA	2009.5	8	2	8	4	10	16	6	9	19	17	9	108	
	Technical Journal		7	4	5	3	4	1						24	
BL36XU	Catalytic Reaction Dynamics for Fuel Cell (2013.1 - 2020.3)			1	7	6	7	12	15	8	11	4	5	76	
BL44XU	Macromolecular Assemblies	2000.2	342	65	50	65	54	61	47	59	64	53	27	887	
Subtotal			1689	280	309	283	345	367	326	378	402	347	251	4977	
RIKEN Beamlines	BL05XU	R&D-ID		3	1		1					1	2	8	
	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy		87	3	8	5	8	5		1	8	4	1	130
	BL19LXU	SR Physics		97	12	13	9	5	6	1	4	1	2		150
	BL26B1	Structural Genomics I		178	8	4	5	4	4	1		1	1	1	207
	BL26B2	Structural Genomics II		116	16	4	3	7	10	2	2	2		2	164
	BL29XU	Coherent X-ray Optics		180	15	9	10	15	9	8	4	7	4		261
	BL32XU	Targeted Proteins		12	13	8	7	13	5	3	1	3	3	1	69
	BL38B2	Diagnosis Beamline		2											2
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics			1		1	1				2			5
	BL44B2	Materials Science I		235	19	16	20	16	18	14	10	3	2	2	355
	BL45XU	Structural Biology I		200	11	9	13	13	8	5	2	5	4		270
	Subtotal			1110	99	71	74	82	65	34	24	32	21	9	1621

SACLA

Public Beamlines	Beamline Name		Public Use Since	~2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	Total
	BL1	SXFEL	2016.3								7	6	9	9	5
BL2/BL3	XFEL2/XFEL1	2012.3	1	13	28	37	48	42	34	50	60	55	43	411	
Hardware / Software R & D			545	67	13	33	46	53	49	35	26	15	11	893	
NET Sum Total			9090	1237	1106	1195	1291	1268	1142	1244	1352	1149	865	20939	
Technical Journal			93	80	97	67	74	71	54	49	53	34	9	681	

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 BL でカウントした。

共用・専用・理研の変更があった次の BL については、変更前のカテゴリに含めた。BL15XU、BL32B2、BL36XU、BL38B1（以上、現 理研BL）、BL45XU（現 共用BL）

このデータは論文発表等登録データベース (<https://user.spring8.or.jp/uisearch/publication2/>) に 2022 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 BL 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 (2022年12月31日現在)

SPring-8

Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total	
Public Beamlines	BL01B1	XAFS I	1997.10	1409	66	89	1564
	BL02B1	Single Crystal Structure Analysis	1997.10	597	14	32	643
	BL02B2	Powder Diffraction	1999. 9	1486	41	85	1612
	BL04B1	High Temperature and High Pressure Research	1997.10	365	7	49	421
	BL04B2	High Energy X-ray Diffraction	1999. 9	643	13	62	718
	BL08W	High Energy Inelastic Scattering	1997.10	328	10	48	386
	BL09XU	HAXPES I	1997.10	297	15	37	349
	BL10XU	High Pressure Research	1997.10	632	22	61	715
	BL13XU	X-ray Diffraction and Scattering I	2001. 9	440	19	39	498
	BL14B2	XAFS II	2007. 9	758	11	39	808
	BL19B2	X-ray Diffraction and Scattering II	2001.11	825	47	94	966
	BL20B2	Medical and Imaging I	1999. 9	534	90	89	713
	BL20XU	Medical and Imaging II	2001. 9	562	106	151	819
	BL25SU	Soft X-ray Spectroscopy of Solid	1998. 4	565	15	61	641
	BL27SU	Soft X-ray Photochemistry	1998. 5	607	21	39	667
	BL28B2	White Beam X-ray Diffraction	1999. 9	318	17	24	359
	BL35XU	Inelastic and Nuclear Resonant Scattering	2001. 9	239	5	13	257
	BL37XU	Trace Element Analysis	2002.11	412	24	52	488
	BL38B1	Structural Biology III	2000.10	893	11	66	970
	BL39XU	Magnetic Materials	1997.10	435	17	80	532
	BL40B2	SAXS BM	1999. 9	1013	15	122	1150
	BL40XU	High Flux	2000. 4	469	24	71	564
	BL41XU	Macromolecular Crystallography I	1997.10	1321	4	102	1427
	BL43R	Infrared Materials Science	2000. 4	265	15	62	342
	BL46XU	HAXPES II	2000.11	610	20	43	673
	BL47XU	Micro-CT	1997.10	581	93	135	809
Public Use at Other Beamlines	BL05XU	R&D-ID	2017. 4	29			29
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I (1999. 3 - 2012. 2)		13	2	2	17
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II (1998. 4 - 2012. 2)		48	1	11	60
	BL15XU	WEBRAM (2002. 9 - 2012. 2)		35	19	7	61
	BL17SU	RIKEN Coherent Soft X-ray Spectroscopy	2005. 9	80	1	29	110
	BL19LXU	RIKEN SR Physics	2002. 9	35		5	40
	BL22XU	JAEA Actinide Science I (2004. 9 - 2012. 2)		6			6
	BL23SU	JAEA Actinide Science II (1998. 6 - 2012. 2)		55	4	15	74
	BL26B1	RIKEN Structural Genomics I	2009. 4	193		9	202
	BL26B2	RIKEN Structural Genomics II	2009. 4	69		11	80
	BL29XU	RIKEN Coherent X-ray Optics	2002. 9	23		1	24
	BL32XU	RIKEN Targeted Proteins	2010.10	120		5	125
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics	2020. 8	1			1
	BL44B2	RIKEN Materials Science I	1998. 5	43		3	46
	BL45XU	RIKEN Structural Biology I	1997.10	242	5	20	267
Subtotal			17596	774	1863	20233	

Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total	
Contract Beamlines	BL03XU	Advanced Softmaterial	2009.11	511		18	529
	BL07LSU	The University-of-Tokyo Outstation Beamline for Materials Science (2009.11 - 2022.8)		169		11	180
	BL08B2	Hyogo BM	2005. 9	133			133
	BL11XU	QST Quantum Dynamics I		251	8	44	303
	BL12B2	NSRRC BM	2001. 9	471	1	2	474
	BL12XU	NSRRC ID	2003. 2	267	7	6	280
	BL14B1	QST Quantum Dynamics II		340	19	88	447
	BL15XU	WEBRAM (2001. 4 - 2021. 9)		745	14	60	819
	BL16B2	SUNBEAM BM	1999. 9	292	12	75	379
	BL16XU	SUNBEAM ID	1999. 9	305	8	61	374
	BL22XU	JAEA Actinide Science I		279	4	47	330
	BL23SU	JAEA Actinide Science II		410	45	110	565
	BL24XU	Hyogo ID	1998.10	254	19	63	336
	BL28XU	Advanced Batteries	2012. 4	63			63
	BL31LEP	Laser-Electron Photon II	2013.10	13			13
	BL32B2	Pharmaceutical Industry (2002. 9 - 2012. 3)		29		3	32
	BL33LEP	Laser-Electron Photon	2000.10	75	23	3	101
	BL33XU	TOYOTA	2009. 5	132	5	35	172
	BL36XU	Catalytic Reaction Dynamics for Fuel Cell (2013. 1 - 2020. 3)		76		6	82
	BL44XU	Macromolecular Assemblies	2000. 2	887		45	932
Subtotal			5702	165	677	6544	

RIKEN Beamlines	BL05XU	R&D-ID		8	6		14
	BL17SU	Coherent Soft X-ray Spectroscopy		130	4	13	147
	BL19LXU	SR Physics		150	8	27	185
	BL26B1	Structural Genomics I		207	2	19	228
	BL26B2	Structural Genomics II		164	1	13	178
	BL29XU	Coherent X-ray Optics		261	14	37	312
	BL32XU	Targeted Proteins		69		4	73
	BL38B2	Diagnosis Beamline		2	6		8
	BL43LXU	Quantum NanoDynamics		5			5
	BL44B2	Materials Science I		355	2	16	373
	BL45XU	Structural Biology I		270	5	45	320
	Subtotal			1621	48	174	1843

SACLA

Public Beamlines	Beamline Name		Public Use Since	Refereed Papers	Proceedings	Other Publications	Total
	BL1	SXFEL	2016. 3	36			36
	BL2/BL3	XFEL2/XFEL1	2012. 3	411	4	15	430

Hardware / Software R & D			893	554	474	1921
---------------------------	--	--	-----	-----	-----	------

NET Sum Total			21620	1373	2468	25461
---------------	--	--	-------	------	------	-------

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2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BLでカウントした。

共用・専用・理研の変更があった次のBLについては、変更前のカテゴリに含めた。BL15XU、BL32B2、BL36XU、BL38B1 (以上、現理研BL)、BL45XU (現共用BL)

・SPring-8 または SACLA での成果を論文等にする場合は必ずBL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、2022 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 (主著者、巻、発行年、ページ、タイトル) に加え、データベースの登録番号 (研究成果番号) を掲載していますので、詳細は上記検索ページの検索結果画面でご覧いただくことができます。また実施された課題の情報 (課題番号、ビームライン、実験責任者名) も掲載しています。課題番号は最初の 4 文字が「year」、次の 1 文字が「term」、後ろの 4 文字が「proposal no.」となっていますので、この情報から以下の URL で公表している、各課題の英文利用報告書 (SPring-8 User Experiment Report) を探してご覧いただくことができます。

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

今後も利用者情報には発行月の 2 ヶ月前の月末締めで、前号掲載分以降に登録された論文情報を掲載していく予定です。なお、データベースは毎日更新されていますので、最新情報は SPring-8 論文データベース検索ページでご確認ください。なお、実験責任者の方には、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 2022 年 10 月～12 月に登録された論文が掲載された主な雑誌と掲載論文数

掲載雑誌	登録論文数	掲載雑誌	登録論文数
Physical Review B	9	ACS Catalysis	4
Inorganic Chemistry	7	Catalysis Science & Technology	4
The Journal of Physical Chemistry C	7	Journal of Materials Chemistry A	4
Acta Crystallographica Section D	6	Journal of the American Chemical Society	4
Japanese Journal of Applied Physics	5	Journal of the Physical Society of Japan	4
Scientific Reports	5	The Journal of Biological Chemistry	4
ACS Applied Materials & Interfaces	4	他全 177 誌、計 314 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

Physical Review 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
44335	Chien Wen Chuang	101 (2020) 115137	2019A4270	BL12XU	Chainani Ashish	Electronic Structure Investigation of GdNi using X-ray Absorption, Magnetic Circular Dichroism, and Hard X-ray Photoemission Spectroscopy
44435	Takanori Hattori	106 (2022) 134309	2016B3751	BL22XU	町田 晃彦	Hydrogen Vibration Excitations of ZrH <sub>1.8</sub> and TiH <sub>1.84</sub> up to 21 GPa by Incoherent Inelastic Neutron Scattering
44440	A. Bhattacharyya	106 (2022) 134516	2018B1439	BL35XU	Adroja Devashibhai	Multigap Superconductivity in the Filled-skutterudite Compound LaRu <sub>4</sub> As <sub>12</sub> Probed by Muon Spin Rotation
44466	Hitoshi Sato	105 (2022) 035113	2019B1359	BL39XU	佐藤 仁	Valence Transition of the Intermetallic Compound Ce <sub>2</sub> Rh <sub>2</sub> Ga Probed by Resonant X-ray Emission Spectroscopy
			2019B4250	BL12XU	佐藤 仁	
			2020A1322	BL39XU	佐藤 仁	
44467	Hitoshi Sato	106 (2022) 155151	2018B1300	BL39XU	佐藤 仁	Metal-insulator Transition in Cu <sub>2</sub> S <sub>4</sub> Observed by Cu K $\alpha$ Resonant X-ray Emission Spectroscopy
			2019A1276	BL39XU	佐藤 仁	
			2021A1211	BL39XU	佐藤 仁	
			2021A2072	BL39XU	河村 直己	
			2021B2090	BL39XU	河村 直己	
2022A1280	BL39XU	佐藤 仁				
44545	Takahiro Ogino	106 (2022) 045423	2020A1139	BL13XU	平山 博之	Superconductivity in a Two Monolayer Thick Indium Film on Si(111) $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -B
44612	Yui Ishii	106 (2022) 134111	2020A1173	BL04B2	石井 悠衣	Partial Breakdown of Translation Symmetry at a Structural Quantum Critical Point Associated with a Ferroelectric Soft Mode
			2015A1510	BL02B2	森 茂生	
44633	Cheng Jin	105 (2022) 144402	2021B1407	BL10XU	Zhu Jinlong	Insulator-metal Transition and Crossover from Negative to Positive Magnetoresistance in Cu <sub>2</sub> IrO <sub>3</sub> under High Pressure
			2021A1172	BL10XU	Zhu Jinlong	
44643	Artoni Kevin R. Ang	103 (2021) 214106	2017B1450	BL39XU	林 好一	Elucidation of Local Structure Deformation in $\kappa$ -(BEDT-TTF) <sub>2</sub> Cu[N(CN) <sub>2</sub> ]Br by X-ray Fluorescence Holography
			2018A1229	BL37XU	林 好一	
			2019B1149	BL39XU	梅名 泰史	
			2019B1151	BL39XU	梅名 泰史	

Inorganic Chemistry

44352	Botao Gao	60 (2021) 3232-3237	2020A1052	BL44B2	Chen Jun	An Intriguing Polarization Configuration of Mixed Ising- and Néel-Type Model in the Prototype PbZrO <sub>3</sub> -Based Antiferroelectrics
44361	Alexei A. Belik	61 (2022) 14428-14435	2022A1067	BL02B2	Belik Alexei	Triple A-Site Cation Ordering in the Ferrimagnetic Y <sub>2</sub> CuGaMn <sub>4</sub> O <sub>12</sub> Perovskite
44363	Alexei A. Belik	61 (2022) 10144-10150	2021A1334	BL02B2	Belik Alexei	Aurivillius Phase Bi <sub>4</sub> V <sub>3</sub> O <sub>12</sub> with d <sup>1</sup> Magnetic Cations, Anisotropic and Negative Thermal Expansion, Multiple Structural Transitions, and Low-Dimensional Magnetism
			2022A1067	BL02B2	Belik Alexei	
44478	Masanao Ishijima	61 (2022) 17144-17153	2021A1656	BL14B2	石島 政直	Synthesis of Electromagnetic Wave-Absorbing Co-Ni Alloys and Co-Ni Core-Shell Structured Nanoparticles
44510	Koh Sugamata	61 (2022) 17641-17645	2022A1200	BL02B1	箕浦 真生	Tellurium-Centered Bent Allenes: Synthesis, Characterization, and Reactivity
			2021B1798	BL02B1	早川 雅大	
			2021B1132	BL02B1	森迫 祥吾	
			2021B1833	BL02B1	成田 皓樹	
			2021B1435	BL02B1	村田 理尚	
			2021A1578	BL02B1	早川 雅大	
			2021A1592	BL02B1	西野 龍平	
			2020A1656	BL02B1	西野 龍平	
			2020A1650	BL02B1	薄葉 純一	
			2020A1644	BL02B1	潘 楊	
			2020A1056	BL02B1	笹森 貴裕	
2020A0834	BL02B1	西野 龍平				
2020A0557	BL02B1	菅又 功				
44696	Hitoshi Yusa	61 (2022) 20906-20912	2018A1156	BL10XU	遊佐 斉	Dense Structure of Yttrium Nitride as a Post-Rock-Salt Phase: High-Pressure Experiments and Computations
			2019A1193	BL10XU	遊佐 斉	
			2020A4500	BL15XU	遊佐 斉	
			2020A4550	BL15XU	遊佐 斉	
44697	Xun Kang	61 (2022) 21148-21156	2021A1169	BL02B2	山浦 一成	High-Pressure Synthesis and Magnetic and Electrical Properties of Fe-Doped Bi <sub>3</sub> Re <sub>3</sub> O <sub>11</sub> and Bi <sub>3</sub> O <sub>3</sub> O <sub>11</sub>
			2022A1067	BL02B2	Belik Alexei	

The Journal of Physical Chemistry C

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
44280	Ai Suzuki	126 (2022) 9948-9955	2018B4140	BL12B2	久保園 芳博	Superconducting Properties of Pd <sub>1-x</sub> Pt <sub>x</sub> Bi <sub>2</sub> over a Wide Pressure Range
			2019A4131	BL12B2	久保園 芳博	
44309	Fumiaki Amano	126 (2022) 1817-1827	2020A1219	BL01B1	山添 誠司	Structure-Stability Relationship of Amorphous IrO <sub>2</sub> -Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Electrocatalysts on Ti Felt for Oxygen Evolution in Sulfuric Acid
			2021A1272	BL01B1	山添 誠司	
			2020A1410	BL01B1	平山 純	
44384	Xiaoni Zhang	126 (2022) 12802-12808	2022A7410	BL07LSU	近藤 剛弘	Electronic Topological Transition of 2D Boron by the Ion Exchange Reaction
44484	Yanting Zhang	126 (2022) 18849-18854	2014B1784	BL02B2	榎本 大輔	Charge Transport Capabilities of Dibenzo[n]phenacenes (n = 5-7): Influence of Trap States and Molecular Packing
			2017B1318	BL02B1	藤原 明比古	
44546	Yannik Appiarius	126 (2022) 4563-4576	2016B1204	BL02B1	Grabowsky Simon	BN-Substitution in Dithienylpyrenes Prevents Excimer Formation in Solution and in the Solid State
44567	Akira Sasahara	126 (2022) 19745-19755	2017A1079	BL13XU	大西 洋	KTaO <sub>3</sub> Wafers Doped with Sr or La Cations for Modeling Water-Splitting Photocatalysts: 3D Atom Imaging around Doping Cations
			2018A1180	BL13XU	大西 洋	
			2019B1499	BL13XU	大西 洋	
44615	Kevin Lemoine	126 (2022) 8248-8255	2021B1409	BL02B2	稲熊 宜之	High-Pressure Synthesis of Trigonal LiFe <sub>2</sub> F <sub>6</sub> : New Iron Fluoride with Li <sup>+</sup> Tunnels as a Potential Cathode for Lithium-Ion Batteries

Japanese Journal of Applied Physics

44421	Goki Kimura	61 (2022) SN1012	2021B1948	BL46XU	神野 伊策	In situ High-temperature X-ray Diffraction Measurements of Pb(Zr <sub>0.58</sub> Ti <sub>0.42</sub> )O <sub>3</sub> Epitaxial Thin Films Grown on Si Substrates
			2021B1871	BL19B2	神野 伊策	
44422	Kiyotaka Tanaka	61 (2022) SN1020	2021B1948	BL46XU	神野 伊策	Annealing Effects on Epitaxial (K,Na)NbO <sub>3</sub> Thin Films Grown on Si Substrates
			2021B1871	BL19B2	神野 伊策	
44494	Seiji Nakashima	61 (2022) SN1004	2020A1362	BL17SU	中嶋 誠二	Assessment of Polarization-related Band Modulation at Graphene/Mn-doped BiFeO <sub>3</sub> Interfaces by Photoemission Electron Microscopy
			2021A1456	BL17SU	中嶋 誠二	
			2021B1494	BL17SU	中嶋 誠二	
44564	Wolfgang Voegeli	61 (2022) 098002	2020A0176	BL28B2	矢代 航	Sub-second Multi-energy X-ray Tomography using a Multi-beam Optical System and Detector
			2020A0559	BL28B2	矢代 航	
			2020A0560	BL28B2	矢代 航	
			2021A1550	BL28B2	矢代 航	
44604	Yasuhiro Yoneda	61 (2022) SN1022	2018A3639	BL14B1	和田 智志	Local Structure Analysis of BiFeO <sub>3</sub> -BaTiO <sub>3</sub> Solid Solutions
			2021A3701	BL22XU	米田 安宏	
			2021B3701	BL22XU	米田 安宏	
			2022A1192	BL04B2	米田 安宏	

ACS Applied Materials & Interfaces

44293	Cheol Hee Choi	13 (2021) 28451-28461	2019A4701	BL15XU	金正煥	High-Performance Indium Gallium Tin Oxide Transistors with an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gate Insulator Deposited by Atomic Layer Deposition at a Low Temperature of 150 °C: Roles of Hydrogen and Excess Oxygen in the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Dielectric Film
44332	Eunjeong Jeong	14 (2022) 32319-32329	2019B1837	BL19B2	鈴木 充朗	Exploration of Alkyl Group Effects on the Molecular Packing of 5,15-Disubstituted Tetrabenzoporphyrins toward Efficient Charge-Carrier Transport
			2017A1779	BL19B2	鈴木 充朗	
			2018B1774	BL19B2	鈴木 充朗	
44423	Isao Kagomiya	14 (2022) 48194-48199	2019A1823	BL19B2	山田 啓太郎	Surface Exchange Reaction of Mixed Conductive La <sub>0.65</sub> Ca <sub>0.35</sub> FeO <sub>3-δ</sub> during Oxygen Evolution and Incorporation as Traced by Operando X-ray Photoelectron Spectroscopy
			2020A7484	BL07LSU	籠宮 功	
44621	Wei-Chih Wang	14 (2022) 18773-18781	2020A7493	BL07LSU	籠宮 功	Tuning Molecular Conformations to Enhance Spontaneous Orientation Polarization in Organic Thin Films
			2019A1765	BL46XU	尾坂 格	
			2020A1742	BL46XU	但馬 敬介	

ACS Catalysis

44368	Kosuke Yamaguchi	12 (2022) 12582-12595	2021B1104	BL01B1	富重 圭一	Utilization of Ni as a Non-Noble-Metal Co-catalyst for Ceria-Supported Rhenium Oxide in Combination of Deoxydehydration and Hydrogenation of Vicinal Diols
			2021A1235	BL01B1	富重 圭一	
44444	Takehiro Matsuyama	12 (2022) 13600-13608	2021B1918	BL14B2	山口 和也	Decarbonylation of 1,2-Diketones to Diaryl Ketones via Oxidative Addition Enabled by an Electron-Deficient Au-Pd Nanoparticle Catalyst
44609	Ben Liu	12 (2022) 15431-15450	2022A1735	BL14B2	Liu Ben	Selective C-O Hydrogenolysis of Terminal C-OH Bond in 1,2-Diols over Rutile-Titania-Supported Iridium-Iron Catalysts
44628	Xuze Guan	12 (2022) 15207-15217	2019A1533	BL01B1	Wang Feng	Designing Reactive Bridging O <sup>2-</sup> at the Atomic Cu-O-Fe Site for Selective NH <sub>3</sub> Oxidation
			2019B1438	BL01B1	Wang Feng	
			2020A0611	BL01B1	Wang Feng	
			2021A1695	BL14B2	Guan Xuze	

Catalysis Science & Technology

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
44340	Hung-Chih Kuo	10 (2020) 3949-3958	2016A4134	BL12B2	Lin Yan-Gu	Synthesis of FeCo-N@N-doped Carbon Oxygen Reduction Catalysts via Microwave-assisted Ammoxidation
			2017B4125	BL12B2	Lin Yan-Gu	
44425	Hidenori Nishio	11 (2021) 7141-7150	2019B1386	BL01B1	三浦 大樹	Deposition of Highly Dispersed Gold Nanoparticles onto Metal Phosphates by Deposition-precipitation with Aqueous Ammonia
44438	Saburo Hosokawa	12 (2022) 5604-5610	2018A1546	BL14B2	福住 謙亨	Catalytic Selective Hydrogenation of Acetic Acid to Acetaldehyde over the Surface of the Iron Shell on Pd-Fe Alloy Nanoparticles
			2018B1838	BL14B2	福住 謙亨	
			2019A1624	BL14B2	福住 謙亨	
			2019B1828	BL14B2	福住 謙亨	
44447	Yuanhui Lu	12 (2022) 5390-5396	2021B1100	BL02B2	Lo Benedict	Copper Dual-atom Catalyst Mediated C3-H Amination of Indoles at Room Temperature
			2021B1099	BL01B1	Lo Benedict	

Final Brief Paper of the Eighth International Conference on Very High Cycle Fatigue, VHCF8

44555	Koukaku Setsu	(2021) Paper No. 2B11	2020A0172	BL20XU	中村 孝	Initiation and Propagation Process of Small Fatigue Crack in Beta Titanium Alloy via Multiscale Synchrotron Radiation Computed Tomography
44556	Sourav Modi	(2021) Paper No. 2B12	2020A0172	BL20XU	中村 孝	A Trial for Detecting Small Fatigue Cracks Initiating from Non-metallic Inclusions in Precipitation-hardened Stainless Steel
44557	Hironori Morishita	(2021) Paper No. 5A03	2020A0172	BL20XU	中村 孝	Analysis of Fatigue Life Distribution of Ti-6Al-4V Based on the Initiation and Propagation Behaviors of Small Internal Cracks
44561	Takuya Yamazaki	(2021) Paper No. 4B10	2020A0172	BL20XU	中村 孝	Classification of Internal Fatigue Crack Growth Stages of (α+β) Ti-6Al-4V by Fractographic Analysis Focusing on Multiple Facet Formation

Journal of Materials Chemistry A

44308	Hao Ge	10 (2022) 10854-10864	2020A1064	BL01B1	桑原 泰隆	Enhanced Visible-NIR Absorption and Oxygen Vacancy Generation of Pt/H <sub>2</sub> MoWO <sub>4</sub> by H-spillover to Facilitate Photothermal Catalytic CO <sub>2</sub> Hydrogenation
			2021B1090	BL01B1	桑原 泰隆	
44328	Yuya Sakka	10 (2022) 16602-16609	2019B1284	BL28B2	折笠 有基	Pressure Dependence on the Three-Dimensional Structure of a Composite Electrode in an All-Solid-State Battery
			2019B1726	BL20XU	折笠 有基	
			2020A0502	BL20XU	山重 寿夫	
			2021A1005	BL20XU	折笠 有基	
			2021A1539	BL20XU	山重 寿夫	
			2021B1191	BL37XU	折笠 有基	
2021B1724	BL20XU	折笠 有基				
44411	Li-Hsien Yeh	7 (2019) 26791-26796	2019B4139	BL12B2	Deng Ming-Jay	A Nanofluidic Osmotic Power Generator Demonstrated in Polymer Gel Electrolytes with Substantially Enhanced Performance
44692	Keisuke Matsumura	(2022) Online published 13 Dec. 2022	2018A1528	BL01B1	直井 勝彦	Spray-Drying Synthesis and Vanadium-Catalyzed Graphitization of a Nanocrystalline γ-Li <sub>3.2</sub> V <sub>0.8</sub> Si <sub>0.2</sub> O <sub>4</sub> /C Anode Material with a Unique Double Capsule Structure
			2019A1607	BL01B1	直井 勝彦	

Journal of the American Chemical Society

44284	Kazutaka Sonobe	144 (2022) 15008-15012	2016B1110	BL04B2	富中 悟史	Symmetric Breakage-Induced Semimetallic State: Polymorphism in Ruthenate Nanosheets
			2017A1207	BL08W	富中 悟史	
			2015B4503	BL15XU	富中 悟史	
			2016A4503	BL15XU	富中 悟史	
44312	Wataru Suzuki	144 (2022) 12310-12320	2021B1373	BL01B1	山添 誠司	Control over Ligand-Exchange Positions of Thiolate-Protected Gold Nanoclusters Using Steric Repulsion of Protecting Ligands
			2021B1535	BL01B1	吉川 聡一	
44442	Kazuki Ueda	144 (2022) 18744-18749	2022A1354	BL02B1	村田 理尚	A Highly Conductive n-Type Coordination Complex with Thieno[3,2-b]thiophene Units: Facile Synthesis, Orientation, and Thermoelectric Properties
			2021B1435	BL02B1	村田 理尚	
			2020A1056	BL02B1	笹森 貴裕	
			2019B1129	BL02B1	笹森 貴裕	
			2019A1057	BL02B1	笹森 貴裕	
			2022A1189	BL40B2	平井 智康	
			2021B1157	BL40B2	平井 智康	
			2020A1135	BL40B2	平井 智康	
			2019B1179	BL40B2	平井 智康	
44686	Ayano Minami	144 (2022) 23313-23320	2018B1139	BL08W	脇原 徹	Tracking Sub-Nano-Scale Structural Evolution in Zeolite Synthesis by <i>In Situ</i> High-Energy X-ray Total Scattering Measurement with Pair Distribution Function Analysis
			2019A1258	BL08W	脇原 徹	
			2019B1430	BL08W	脇原 徹	
			2020A1106	BL08W	脇原 徹	
			2021A1153	BL08W	脇原 徹	
2021B1145	BL08W	脇原 徹				

Journal of the Physical Society of Japan

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
44381	Daiki Ootsuki	91 (2022) 114704	2022A1550	BL09XU	大槻 太毅	Metallic Surface State in the Bulk Insulating Phase of $\text{Ca}_{2-x}\text{Sr}_x\text{RuO}_4$ ( $x = 0.06$ ) Studied by Photoemission Spectroscopy
			2020A1318	BL47XU	吉田 鉄平	
			2019B1467	BL47XU	吉田 鉄平	
			2019A1587	BL47XU	吉田 鉄平	
			2018B1692	BL09XU	柴田 大輔	
			2018A1656	BL09XU	柴田 大輔	
			2017B1718	BL47XU	柴田 大輔	
			2016B1695	BL47XU	柴田 大輔	
44392	Naoki Wada	90 (2021) 044003	2019B1639	BL37XU	雨澤 浩史	Performance of Region-Based Markov Random Field with XY Spins
			2019A1467	BL37XU	雨澤 浩史	
			2017B1509	BL37XU	雨澤 浩史	
			2017A1484	BL37XU	雨澤 浩史	
			2016B1194	BL37XU	雨澤 浩史	
44439	Takayuki Kawamata	91 (2022) 114707	2017B1222	BL08W	小池 洋二	Electronic State of $\text{T}^{1-}\text{Pr}_{1.3-x}\text{La}_{0.7}\text{Ce}_x\text{CuO}_4$ ( $x = 0.10$ ) Studied by Compton Scattering
44483	Tatsuru Yamada	91 (2022) 124708	2019B1258	BL39XU	佐藤 徹哉	Appearance of Ferromagnetism in Pt(100) Ultrathin Films Originated from Quantum-well States

Scientific Reports

44375	Yoji Miyajima	12 (2022) 16776	2020A1608	BL46XU	安野 聡	Destruction of Mesoscopic Chemically Modulated Domains in Single Phase High Entropy Alloy via Plastic Deformation
			2020A1612	BL46XU	安野 聡	
			2020A1736	BL46XU	安野 聡	
			2021A1553	BL46XU	安野 聡	
44437	Naoto Kitamura	12 (2022) 18097	2021A1024	BL04B2	北村 尚斗	Positive-electrode Properties and Crystal Structures of Mg-rich Transition Metal Oxides for Magnesium Rechargeable Batteries
			2020A1728	BL19B2	井手本 康	
			2019B1714	BL14B2	井手本 康	
44591	Masae Takahashi	12 (2022) 20393	2018A1198	BL43IR	高橋 まさえ	Van der Waals Interactions Regulating the Hydration of 2-methacryloyloxyethyl Phosphorylcholine, the Constructing Monomer of Biocompatible Polymers
			2021A1143	BL43IR	高橋 まさえ	
44644	Reina Miyagawa	12 (2022) 20955	2018A3738	BL22XU	松岡 健之	Crystallinity in Periodic Nanostructure Surface on Si Substrates Induced by Near- and Mid-infrared Femtosecond Laser Irradiation
			2019A3741	BL22XU	尾崎 典雅	
			2020A3739	BL22XU	尾崎 典雅	

Chemical Communications

44313	Soichi Kikkawa	58 (2022) 9018-9021	2021A1272	BL01B1	山添 誠司	Dual Functional Catalysis of $[\text{Nb}_5\text{O}_{19}]^{5-}$ -modified $\text{Au}/\text{Al}_2\text{O}_3$
			2021B1535	BL01B1	吉川 聡一	
			2021A1406	BL01B1	吉川 聡一	
			2021B1373	BL01B1	山添 誠司	
44500	Anna Carissa M. San Esteban	58 (2022) 4192-4195	2020A1210	BL02B2	吉成 信人	Serendipitous Formation of Oxygen-bridged $\text{Cu}^{\text{II}}\text{M}$ ( $\text{M} = \text{Mn}^{\text{II}}$ , $\text{Co}^{\text{II}}$ ) Double Cubanes Showing Electrocatalytic Water Oxidation
			2019A1302	BL02B1	吉成 信人	
44695	Ping Wang	58 (2022) 9026-9029	2021A1104	BL02B1	北川 進	Nitroxyl Radical-containing Flexible Porous Coordination Polymer for Controllable Size-selective Aerobic Oxidation of Alcohols
			2021B1528	BL02B2	北川 進	
			2022A1500	BL02B1	北川 進	

Nature Communications

44306	Feilong Xing	13 (2022) 5065	2021A1541	BL14B2	古川 森也	High-entropy Intermetallics on Ceria as Efficient Catalysts for the Oxidative Dehydrogenation of Propane using $\text{CO}_2$
			2021A1571	BL01B1	中谷 勇希	
			2021B1795	BL01B1	中谷 勇希	
			2021B1962	BL14B2	Xing Feilong	
44366	Takuya Suguro	13 (2022) 5698	2021B1610	BL01B1	岸本 史直	A Hygroscopic Nano-membrane Coating Achieves Efficient Vapor-fed Photocatalytic Water Splitting
			2022A1082	BL01B1	岸本 史直	
44645	Yuuya Nishida	13 (2022) 7591	2021B2523	EM01CT	新谷 泰範	Identifying Antibiotics Based on Structural Differences in the Conserved Allosteric Site from Mitochondrial Heme-copper Oxidases
			2022A2713	EM01CT	新谷 泰範	
			2016A2529	BL26B1	高島 成二	
			2016B2711	BL26B1	高島 成二	
			2017B2555	BL26B1	高島 成二	
2018A2721	BL26B1	高島 成二				



### Physical Chemistry Chemical Physics

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
44276	Hiromitsu Maeda	24 (2022) 13286-13292	2021A1597	BL02B1	田中 宏樹	Electron-donating Curved $\pi$ -electronic Systems that Complex with Buckyballs
			2021B1703	BL40XU	前田 大光	
44319	Joseph W. McManus	24 (2022) 22699-22709	2021A8038	BL1	Forbes Ruairidh	Disentangling Sequential and Concerted Fragmentations of Molecular Polycations with Covariant Native Frame Analysis
44562	Kazutaka Akiyoshi	24 (2022) 24335-24344	2021A1102	BL01B1	川脇 徳久	Composition Control of Alloy Nanoparticles Consisting of Bulk-immiscible Au and Rh Metals via an Ionic Liquid/Metal Sputtering Technique for Improving Their Electrocatalytic Activity
			2020A0695	BL01B1	川脇 徳久	

### Proceedings of the 7th International Conference on Advanced Steels, ICAS 2022

44537	Takashi Nakamura	(2022) 184-187	2017B1421	BL20XU	中村 孝	In situ Observation of Small Fatigue Cracks in High-strength Metals using Synchrotron Radiation Micro and Nano Computed Tomography
			2018B1289	BL20XU	中村 孝	
			2019B2042	BL20XU	中村 孝	
			2020A0172	BL20XU	中村 孝	
44553	Koukaku Setu	(2022) 132-135	2020A0172	BL20XU	中村 孝	Three-dimensional Observation of Small Fatigue Cracks Growth Process in a Beta Titanium Alloy Ti-22V-4Al using Multiscale Synchrotron Radiation Computed Tomography
44554	Takuya Yamazaki	(2022) 136-139	2020A0172	BL20XU	中村 孝	The Formation Process of Multiple Facets in Internal Fatigue Fractures of ( $\alpha$ + $\beta$ ) Ti-6Al-4V

### Acta Materialia

44441	Shintaro Kobayashi	242 (2023) 118454	2018B1014	BL25SU	廣澤 哲	Multimodal Analysis of Zr Substitution Effects on Magnetic and Crystallographic Properties in $(\text{Sm}_{1-x}\text{Zr}_x)(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{12}$ Compounds with $\text{ThMn}_{12}$ Structure
			2019A1014	BL25SU	廣澤 哲	
			2019B1005	BL25SU	廣澤 哲	
			2020A1003	BL13XU	廣澤 哲	
			2020A1004	BL25SU	廣澤 哲	
			2020A1294	BL01B1	小林 慎太郎	
			2021A1020	BL25SU	廣澤 哲	
2021B1020	BL25SU	廣澤 哲				
44688	Ryota Abe	244 (2023) 118526	2019A1306	BL20XU	大熊 学	Coarsening of Metal/Ceramics Bicontinuous Structures Enhanced by Stress-induced Instability under Cyclic Thermal Stress

### Advanced Science

44552	Kei Okamoto	10 (2023) 2203541	2020A1659	BL02B2	岡本 啓	Impact of Na Concentration on the Phase Transition Behavior and $\text{H}^+$ Conductivities in the Ba-Li-Na-H-O Oxyhydride System
			2019A1084	BL02B2	竹入 史隆	
			2018B1099	BL02B2	竹入 史隆	
			2016B1767	BL19B2	渡邊 明尋	
			2016A1673	BL19B2	渡邊 明尋	
44622	Chao Wang	9 (2022) 2201045	2020A1875	BL46XU	佐伯 昭紀	Essential Role of Triplet Diradical Character for Large Magnetoresistance in Quinoidal Organic Semiconductor with High Electron Mobility
			2020A1742	BL46XU	但馬 敬介	

### Angewandte Chemie International Edition

44649	Hayato Moriyama	61 (2022) e202214108	2021A1213	BL02B1	北川 宏	Observation of an Alternate Charge-Polarization State in a One-Dimensional Pt-Pt-I Chain Compound with a Bulky Pendant Ligand
			2021B1169	BL02B1	北川 宏	
			2021B1170	BL02B2	大坪 主弥	
			2022A1260	BL02B2	大坪 主弥	
44694	Ziqian Xue	62 (2023) e202215234	2020A0649	BL02B2	北川 進	Fine Pore-Structure Engineering by Ligand Conformational Control of Naphthalene Diimide-Based Semiconducting Porous Coordination Polymers for Efficient Chemiresistive Gas Sensing
			2021A1104	BL02B1	北川 進	
			2021A1149	BL02B2	北川 進	
			2021B1745	BL14B2	北川 進	

### Applied Physics Letters

44318	Akitoshi Nakano	121 (2022) 153903	2021B1198	BL02B1	中埜 彰俊	Correlation between Thermopower and Carrier Mobility in the Thermoelectric Semimetal $\text{Ta}_2\text{PdSe}_6$
			2022A1158	BL02B1	中埜 彰俊	
44436	Jundong Song	121 (2022) 172904	2019B4904	BL15XU	山田 智明	Dynamic Electrical Response of Vortex Polarization in $(\text{Pb}_{0.9}\text{Sr}_{0.1})\text{TiO}_3/\text{SrTiO}_3$ Artificial Superlattice Thin Films

### Biochemical and Biophysical Research Communications

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
44365	Masahiro Kuramochi	628 (2022) 98-103	2017B1393	BL40XU	佐々木 裕次	A Mutation to a Fish Ice-binding Protein Synthesized in Transgenic <i>Caenorhabditis elegans</i> Modulates its Cold Tolerance
			2016A1399	BL40XU	佐々木 裕次	
44499	Ayana Sato-Tomita	635 (2022) 277-282	2018A1155	BL37XU	佐藤 文菜	X-ray Fluorescence Holography of Biological Metal Sites: Application to Myoglobin
			2016A1320	BL39XU	久保 稔	
			2016B1099	BL39XU	中村 照也	
			2016B1393	BL39XU	久保 稔	
			2017A1382	BL39XU	佐藤 文菜	
			2017B1444	BL39XU	佐藤 文菜	
			2018B1490	BL39XU	佐藤 文菜	

### Chemical Engineering Journal

44412	Rong Hao Guo	414 (2021) 128842	2019B4139	BL12B2	Deng Ming-Jay	Biomimetic Strategies for 4.0 V All-solid-state Flexible Supercapacitor: Moving toward Eco-friendly, Safe, Aesthetic, and High-performance Devices
44640	Jianyue Jiao	454 (2023) 140327	2019A1496	BL02B2	張 志剛	Enabling Robust Anionic Redox Structure via Tuning the Symmetry of Locally Ordered Lattice in Li-rich Li-Mn-O Cathodes
			2019B1096	BL02B2	張 志剛	
			2020A1430	BL02B2	張 志剛	

### Chemical Science

44311	Kentaro Yonesato	13 (2022) 5557-5561	2021A1272	BL01B1	山添 誠司	Variable Control of the Electronic States of a Silver Nanocluster via Protonation/Deprotonation of Polyoxometalate Ligands
			2021A1406	BL01B1	吉川 聡一	
44662	Yuichi Negishi	13 (2022) 5546-5556	2021B1163	BL01B1	川勝 徳久	Selective Formation of $[\text{Au}_{23}(\text{SPh}^t\text{Bu})_{17}]^0$ , $[\text{Au}_{26}\text{Pd}(\text{SPh}^t\text{Bu})_{20}]^0$ and $[\text{Au}_{24}\text{Pt}(\text{SC}_2\text{H}_4\text{Ph})_7(\text{SPh}^t\text{Bu})_{11}]^0$ by Controlling Ligand-exchange Reaction
			2021A1102	BL01B1	川勝 徳久	
			2020A0695	BL01B1	川勝 徳久	

### Chemistry - A European Journal

44490	Naoya Okada	(2022) Online published 19 Oct. 2022	2018A1114	BL40XU	畠山 琢次	Synthesis and Late-Stage Diversification of BN-Embedded Dibenzocorannulenes as Efficient Fluorescence Organic Light-Emitting Diode Emitters
			2018B1125	BL40XU	畠山 琢次	
			2019A1142	BL40XU	畠山 琢次	
			2019B1063	BL40XU	畠山 琢次	
			2020A1066	BL02B1	畠山 琢次	
44549	Florian Kleemiss	27 (2021) 3407-3419	2013B1056	BL02B1	Grabowsky Simon	Similarities and Differences between Crystal and Enzyme Environmental Effects on the Electron Density of Drug Molecules

### Chemistry - An Asian Journal

44304	Abdillah Sani Bin Mohd Najib	14 (2019) 2802-2805	2019A4600	BL15XU	阿部 英樹	Mesoporous Rh Emerging from Nanophase-separated Rh-Y Alloy
44595	Nanami Watanabe	17 (2022) e202200768	2021B1106	BL40B2	松本 英俊	Benzothiadiazole versus Thiazolobenzotriazole: A Structural Study of Electron Acceptors in Solution-Processable Organic Semiconductors

### Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects

44655	Risa Kawai	658 (2023) 130644	2016B1762	BL40B2	矢田 詩歩	Surface Adsorption and Bulk Properties of Polyoxyethylene-polyoxypropylene Random Copolymer-type Double-chained Surfactants in Quaternary-ammonium-salt-type Amphiphilic Gemini Ionic Liquids
			2018A1158	BL40B2	吉村 倫一	
			2019B1782	BL40B2	河合 里紗	
44656	Tsukasa Morita	656 (2023) 130364	2014A1456	BL40B2	吉村 倫一	Linear- and Star-type Quaternary Ammonium Salt-based Trimeric Surfactants: Effect of Structure on Adsorption and Aggregation Properties
			2017A1428	BL40B2	吉村 倫一	

### Communications Chemistry

44330	Kazuki Iizuka	5 (2022) 126	2019A1246	BL13XU	中村 将志	Tailoring the Active Site for the Oxygen Evolution Reaction on a Pt Electrode
			2019B1187	BL13XU	中村 将志	
44617	Hiroyuki Isobe	5 (2022) 152	2021B1092	BL26B1	松野 太輔	Target-oriented Design of Helical Nanotube Molecules for Rolled Incommensurate Bilayers
			2019B1067	BL26B1	松野 太輔	

**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
44383	Yoshiki Kudo	20 (2022) 124-127	2021A7412	BL07LSU	小飼 真人	Measurement of X-ray Magnetic Linear Dichroism by Rotating Polarization Angle of Soft X-ray Generated by a Segmented Cross Undulator
			2020A7411	BL07LSU	平田 靖透	
			2021A7410	BL07LSU	平田 靖透	
			2021B7412	BL07LSU	山本 航平	
44389	Tomoaki Senoo	20 (2022) 221-225	2020A8019	BL1	El Moussaoui Souliman	Recovery Process from the Reversed Magnetization Simulated with a Square Lattice

**Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures**

44518	Gaoge Xue	45 (2022) 2693-2702	2017B1421	BL20XU	中村 孝	Detection of Small Internal Fatigue Cracks in Ti-6Al-4V via Synchrotron Radiation Nanocomputed Tomography
			2018B1289	BL20XU	中村 孝	
44538	Yoshikazu Nakai	45 (2022) 2200-2214	2018A1548	BL46XU	牧野 泰三	Inclusion Orientation Dependent Flaking Process in Rolling Contact Fatigue Observed by Laminography using Ultrabright Synchrotron Radiation X-ray
			2018B1612	BL46XU	牧野 泰三	
			2019A1635	BL46XU	牧野 泰三	
			2019B1693	BL46XU	牧野 泰三	
			2020A1620	BL46XU	牧野 泰三	

**Geophysical Research Letters**

44468	Yohan Park	49 (2022) e2022GL100178	2021B1471	BL47XU	岡崎 啓史	Development of Lattice-Preferred Orientations of MgO Periclase From Strain Rate Controlled Shear Deformation Experiments Under Pressure up to 120 GPa
			2021B1518	BL47XU	東 真太郎	
			2021A1305	BL47XU	野村 龍一	
			2021A1391	BL47XU	東 真太郎	
			2020A1310	BL47XU	野村 龍一	
			2019B1309	BL47XU	野村 龍一	
			2019B1479	BL47XU	東 真太郎	
			2019A1145	BL47XU	野村 龍一	
			2019A1574	BL47XU	東 真太郎	
			2018B1214	BL47XU	東 真太郎	
			2018B1085	BL47XU	野村 龍一	
			2018A1268	BL47XU	野村 龍一	
			2017A1495	BL10XU	野村 龍一	
			2017A1149	BL47XU	野村 龍一	
			2017A1491	BL39XU	野村 龍一	
44608	Kenta Oka	49 (2022) e2022GL099420	2017A0072	BL10XU	廣瀬 敬	Melting Experiments on Fe-O-H and Fe-H: Evidence for Eutectic Melting in Fe-FeH and Implications for Hydrogen in the Core
			2021B0181	BL10XU	廣瀬 敬	

**Journal of Applied Physics**

44349	Jianbo Zhang	128 (2020) 024101	2019B1120	BL44B2	Chen Jun	Structure and Good Piezoelectric Performance in the Complex System of Pb[(Zn,Ni)Nb]O <sub>3</sub> -Pb[(In,Yb)Nb]O <sub>3</sub> -Pb(Zr,Hf,Ti)O <sub>3</sub>
			2019A1340	BL04B2	Liang Erjun	
			2019A1095	BL04B2	Chen Jun	
			2019A1167	BL02B2	Chen Jun	
44631	Yoshiyuki Yamashita	131 (2022) 215303	2016A4606	BL15XU	山下 良之	Experimental and Theoretical Studies on Atomic Structures of the Interface States at SiO <sub>2</sub> /4H-SiC(0001) Interface

**Journal of Crystal Growth**

44277	Asato Nakashima	598 (2022) 126885	2020A3587	BL11XU	成塚 重弥	Direct Precipitation of Multilayer Graphene on C-plane Sapphire using a Crystallized Ni Catalyst
			2021A3587	BL11XU	成塚 重弥	
			2021B3587	BL11XU	成塚 重弥	
44414	Isaho Kamata	590 (2022) 126676	2019B3321	BL08B2	鎌田 功穂	Investigation of Propagation and Coalescence of Threading Screw and Mixed Dislocations in 4H-SiC Crystals Grown by the High-temperature Gas Source Method
			2020A3321	BL08B2	鎌田 功穂	
			2019A3321	BL08B2	鎌田 功穂	
			2021B3321	BL08B2	鎌田 功穂	

**Journal of Medicinal Chemistry**

44305	Hideaki Tabuse	65 (2022) 13253-13263	2021B2518	BL45XU	上谷 将史	Discovery of Highly Potent and Selective Matrix Metalloproteinase-7 Inhibitors by Hybridizing the S1' Subsite Binder with Short Peptides
44550	Florian Kleemiss	63 (2020) 12614-12622	2017A1233	BL02B1	Grabowsky Simon	Sila-Ibuprofen

**The Journal of Physical Chemistry Letters**

研究成果番号	主著者	雑誌情報	課題番号	ビームライン	実験責任者	タイトル
44385	Yohei Uemura	13 (2022) 4207-4214	2019A7592	BL07LSU	De Groot Frank	Hole Dynamics in Photoexcited Hematite Studied with Femtosecond Oxygen K-edge X-ray Absorption Spectroscopy
44605	Mohammad Kassem	13 (2022) 10843-10850	2021A1432	BL04B2	Bychkov Evgeny	Transient Mesoscopic Immiscibility, Viscosity Anomaly, and High Internal Pressure at the Semiconductor–Metal Transition in Liquid Ga <sub>2</sub> Te <sub>3</sub>
			2022A1418	BL04B2	Bychkov Evgeny	

**Journal of Physics: Conference Series**

44698	Wolfgang Voegeli	2380 (2022) 12063	2020A0176	BL28B2	矢代 航	Development of Multi-beam Optics for Time-resolved X-ray Tomography: from π-polarization to σ-polarization
			2021B1318	BL28B2	矢代 航	
			2021A1083	BL28B2	矢代 航	
			2021A1550	BL28B2	矢代 航	
44699	Wataru Yashiro	2380 (2022) 12121	2020A0559	BL28B2	矢代 航	Millisecond-Order Temporal-Resolution Synchrotron X-ray Tomography without Sample Rotation
			2021B1318	BL28B2	矢代 航	
			2021A1083	BL28B2	矢代 航	
			2021A1550	BL28B2	矢代 航	
			2020A0176	BL28B2	矢代 航	

**Materials**

44338	Yasuo Nakayama	15 (2022) 7119	2014B1641	BL19B2	中山 泰生	'Molecular Beam Epitaxy' on Organic Semiconductor Single Crystals: Characterization of Well-Defined Molecular Interfaces by Synchrotron Radiation X-ray Diffraction Techniques
			2015A1685	BL46XU	中山 泰生	
			2015B1624	BL46XU	中山 泰生	
			2016A1676	BL19B2	水野 裕太	
			2016B1612	BL46XU	中山 泰生	
			2017A1570	BL46XU	中山 泰生	
			2017A1815	BL19B2	中山 泰生	
			2017B1624	BL46XU	中山 泰生	
			2018A1755	BL46XU	鶴田 諒平	
			2019B1908	BL19B2	鶴田 諒平	
			2020A1627	BL19B2	中山 泰生	
			2021A1629	BL46XU	中山 泰生	
44388	Dmitri Louzguine	15 (2022) 7285	2021B1736	BL46XU	中山 泰生	Structural Changes in Metallic Glass-Forming Liquids on Cooling and Subsequent Vitrification in Relationship with Their Properties
			2022A1324	BL13XU	中山 泰生	
			2019B1350	BL04B2	Louzguine Dmitri	

**Materials Chemistry Frontiers**

44620	Fengkun Chen	6 (2022) 3062-3069	2021A1641	BL46XU	但馬 敬介	Design of Planar-zigzag Semiconducting Polymers to Control Chain Orientation and Electronic Structure for Organic Photovoltaics
			2021B1935	BL46XU	但馬 敬介	
44632	Yuto Suzuki	7 (2023) 106-116	2019A1192	BL02B1	久木 一朗	Isomeric Effect of Naphthyl Spacers on Structures and Properties of Isostructural Porous Crystalline Frameworks
			2019B1134	BL40XU	久木 一朗	
			2021A1567	BL02B2	鈴木 悠斗	
			2021A1080	BL40XU	久木 一朗	

**Materials Science and Engineering: A**

44297	Mitsuki Obana	826 (2021) 141972	2020A1857	BL46XU	鳥塚 史郎	The Possible Role of Nano Sized Precipitates on the Mechanical Properties of Additively Manufactured IN 718 Superalloy
44298	Yusuke Izuta	794 (2020) 139984	2019A1648	BL19B2	鳥塚 史郎	Transmission X ray Diffraction Characterization of Deformation Induced Martensite in 301 and 304 Stainless Steels Rolled at 77K: Role of Grain Size
			2019B1708	BL19B2	鳥塚 史郎	
			2019B1029	BL46XU	鳥塚 史郎	

**Materials Transactions**

44511	Kenta Hayashi	62 (2021) 1089-1096	2019A4906	BL15XU	小廣 和哉	NO + CO Reaction on Polycrystalline Palladium Foils with Specific Surface Crystallographic Orientation: A New Approach to Develop Foil Catalysts Based on Texture Control
			2019B4907	BL15XU	亀岡 聡	
44683	Shigeru Kimura	64 (2023) MT-MD2022001	2017A1126	BL13XU	木村 滋	Two-Directional Micro-Laue Diffraction Mapping to Observe Kink Deformation in Long-Period Stacking-Ordered Mg–Zn–Y Alloys under Compression
			2018A1221	BL28B2	木村 滋	
			2019A1356	BL28B2	木村 滋	
			2019A1358	BL40XU	木村 滋	
			2019A2060	BL13XU	木村 滋	
			2019B1610	BL13XU	木村 滋	
2020A1006	BL28B2	木村 滋				

### Nature

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
44329	Wataru Shihoya	574 (2019) 132-136	2019A2577	BL32XU	西澤 知宏	Crystal Structure of Heliorhodopsin
			2017A2578	BL32XU	石谷 隆一郎	
44693	Yan Su	611 (2022) 289-294	2020A0649	BL02B2	北川 進	Separating Water Isotopologues using Diffusion-Regulatory Porous Materials
			2020A1469	BL02B2	北川 進	
			2020A0617	BL02B1	北川 進	
			2021A1104	BL02B1	北川 進	

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

44532	Ryuta Kanai	119 (2022) e2123226119	2020A0171	BL41XU	豊島 近	Cryoelectron Microscopy of Na <sup>+</sup> ,K <sup>+</sup> -ATPase in the Two E2P States with and without Cardiotonic Steroids
44618	Saacnicteh Toledo Patino	119 (2022) e2207965119	2021A2735	BL32XU	Toledo Patino Saacnicteh	Insertions and Deletions Mediated Functional Divergence of Rossmann Fold Enzymes
			2021B2524	BL32XU	Toledo Patino Saacnicteh	

### Science and Technology of Advanced Materials: Methods

44326	Daigo Furuya	2 (2022) 280-293	2019B1888	BL46XU	小綱 真人	Autonomous Synthesis System Integrating Theoretical, Informatics, and Experimental Approaches for Large-magnetic-anisotropy Materials
			2019A1625	BL46XU	小綱 真人	
			2019A1757	BL46XU	小綱 真人	
			2020A1120	BL47XU	小綱 真人	
			2020A1607	BL46XU	小綱 真人	
			2017B1588	BL46XU	小綱 真人	
44477	Hiroshi Sekiguchi	2 (2022) 426-434	2017A1830	BL40B2	関口 博史	End-condition for Solution Small Angle X-ray Scattering Measurements by Kernel Density Estimation
			2019A2059	BL40B2	関口 博史	
			2020A2130	BL40B2	関口 博史	

### ACS Applied Electronic Materials

44630	Jingmin Tang	4 (2022) 4719-4723	2021B1162	BL25SU	山下 良之	Direct Observation of Atomic Structures and Chemical States of Active and Inactive Dopant Sites in Mg-Doped GaN
-------	--------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

### ACS Applied Energy Materials

44302	Hayata Isozumi	3 (2020) 7978-7987	2016B1581	BL46XU	駒場 慎一	Impact of Newly Developed Styrene-Butadiene-Rubber Binder on the Electrode Performance of High-Voltage LiNi <sub>0.5</sub> Mn <sub>1.5</sub> O <sub>4</sub> Electrode
-------	----------------	-----------------------	-----------	--------	-------	---

### ACS Central Science

44452	Hasan DeMirici	8 (2022) 1091-1101	2016A8018	BL3	Demirci Hasan	Intersubunit Coupling Enables Fast CO <sub>2</sub> -Fixation by Reductive Carboxylases
			2017A8055	BL3	Demirci Hasan	
			2018A8031	BL2	Demirci Hasan	

### ACS Earth and Space Chemistry

44577	Baasansuren Gankhurel	4 (2020) 1064-1077	2018B1801	BL14B2	高橋 嘉夫	Comparison of Chemical Speciation of Lead, Arsenic, and Cadmium in Contaminated Soils from a Historical Mining Site: Implications for Different Mobilities of Heavy Metals
			2019A1523	BL37XU	高橋 嘉夫	
			2019B1498	BL37XU	高橋 嘉夫	

### ACS Energy Letters

44278	Xueyan Hou	7 (2022) 1687-1693	2019B1450	BL27SU	中村 崇司	Thermodynamic Analysis Enables Quantitative Evaluation of Lattice Oxygen Stability in Li-Ion Battery Cathodes
			2020A0749	BL27SU	中村 崇司	
			2021A1343	BL27SU	中村 崇司	
			2021B1660	BL27SU	中村 崇司	

### ACS Materials Letters

44682	Yuiga Nakamura	4 (2022) 2409-2414	2018B1809	BL19B2	中村 唯我	Degradation Mechanism of Halide Perovskite Crystals under Concurrent Light and Humidity Exposure
			2019B2017	BL19B2	小金澤 智之	
			2019B2018	BL19B2	小金澤 智之	
			2019B2066	BL19B2	小金澤 智之	
			2021B1870	BL19B2	柴山 直之	
			2021B1952	BL19B2	柴山 直之	
			2022A1654	BL19B2	柴山 直之	
2022A1777	BL19B2	柴山 直之				

### ACS Nano

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
44433	Shingo Hasegawa	16 (2022) 16932-16940	2021B1415	BL01B1	増田 晋也	Synergistically Activated Pd Atom in Polymer-Stabilized Au <sub>23</sub> Pd <sub>1</sub> Cluster

### ACS Sustainable Chemistry & Engineering

44459	Kotohiro Nomura	10 (2022) 12504-12509	2021B1594	BL01B1	野村 琴広	Transesterification of Methyl-10-undecenoate and Poly(ethylene adipate) Catalyzed by (Cyclopentadienyl)titanium Trichlorides as Model Chemical Conversions of Plant Oils and Acid-, Base-Free Chemical Recycling of Aliphatic Polyesters
-------	-----------------	--------------------------	-----------	--------	-------	--

### Acta Crystallographica Section B

44547	F. Kleemiss	77 (2021) 892-905	2017A1233	BL02B1	Grabowsky Simon	Ibuprofen and Siba-ibuprofen: Polarization Effects in the Crystal and Enzyme Environments
-------	-------------	----------------------	-----------	--------	-----------------	---

### Acta Crystallographica Section D

44491	Jill Trehwella	78 (2022) 1315-1336	2019A2059	BL40B2	関口 博史	A Round-Robin Approach Provides a Detailed Assessment of Biomolecular Small-Angle Scattering Data Reproducibility and Yields Consensus Curves for Benchmarking
-------	----------------	------------------------	-----------	--------	-------	--

### Advanced Functional Materials

44497	Zhanglin Guo	32 (2022) 2207554	2021A1689	BL46XU	柴山 直之	A Universal Method of Perovskite Surface Passivation for CsPbX <sub>3</sub> Solar Cells with Voc over 90% of the S-Q Limit
-------	--------------	----------------------	-----------	--------	-------	--

### Advanced Materials

44473	Rui Li	(2022) Online published 13 Sep. 2022	2016A4126	BL12B2	Chen Shi-Wei	Boosting Oxygen-Evolving Activity via Atom-Stepped Interfaces Architected with Kinetic Frustration
-------	--------	--	-----------	--------	--------------	--

### Advances in Redox Research

44315	Jacob R. Boos	6 (2022) 100048	2014A1464	BL41XU	長谷川 和也	Structure and Biological Evaluation of <i>Caenorhabditis elegans</i> CISD-1/mitoNEET, a KLP-17 Tail Domain Homologue, Supports Attenuation of Paraquat-induced Oxidative Stress through a p38 MAPK-mediated Antioxidant Defense Response
-------	---------------	--------------------	-----------	--------	--------	--

### Applied Catalysis B

44314	Hao Ge	317 (2022) 121734	2020A1064	BL01B1	桑原 泰隆	Ru/H <sub>2</sub> MoO <sub>3-y</sub> with Plasmonic Effect for Boosting Photothermal Catalytic CO <sub>2</sub> Methanation
			2021B1090	BL01B1	桑原 泰隆	

### Applied Physics Express

44474	Yoshiharu Kirihara	15 (2022) 111003	2020A0710	BL47XU	野平 博司	Using Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy to Study a SiO <sub>2</sub> /HfO <sub>2</sub> -based Interface Dipole Modulation Stack Embedded in a Metal-Insulator-Metal Structure
-------	--------------------	---------------------	-----------	--------	-------	--

### Applied Surface Science

44317	Noritake Isomura	608 (2023) 155198	2021B5070	BL16XU	高橋 直子	X-ray Absorption Spectroscopy without the Self-absorption Effect by Detecting L-line Fluorescence at the K-edge
			2022A5070	BL16XU	高橋 直子	

### Asian Journal of Organic Chemistry

44285	Sitanan Sartyoungkul	9 (2020) 947-952	2019A1402	BL02B1	焼山 佑美	Synthesis and Dimerization Properties of Cup- and Bowl-shaped Cyclic Trilactams
-------	----------------------	---------------------	-----------	--------	-------	---

### Batteries & Supercaps

44509	Katsuhiro Wakamatsu	6 (2023) e202200385	2022A3634	BL14B1	吉川 浩史	Electron Storage Performance of Hybrid Materials Comprising Polyoxometalates and Carbon Nanohorns as Cathode-Active Materials
			2021B3634	BL14B1	吉川 浩史	
			2021A3634	BL14B1	吉川 浩史	

### Biochemical Journal

44331	Mei Nakagawa	479 (2022) 1999-2011	2018B2520	BL26B1	帯田 孝之	The Hydrophobic Residue Leu73 is Crucial for the High Stability and Low Aggregation Properties of Murine Transthyretin
			2019B2544	BL45XU	帯田 孝之	

### Biochimica et Biophysica Acta - Proteins and Proteomics

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
44455	Chinar Pathak	1834 (2013) 2579-2590	2011B1404	BL26B1	三上 文三	Crystal Structure of Apo and Copper Bound HP0894 Toxin from <i>Helicobacter pylori</i> 26695 and Insight into mRNase Activity
			2012B6741	BL44XU	三上 文三	

### Biophysics and Physicobiology

44337	Nobutaka Numoto	19 (2022) e190019	2014A1159	BL38B1	沼本 修孝	Structures of Oxygen Dissociation Intermediates of 400 kDa V2 Hemoglobin Provide Coarse Snapshots of the Protein Allostery
-------	-----------------	----------------------	-----------	--------	-------	--

### BMC Structural Biology

44357	Yuji Ashikawa	12 (2012) 15	2005A0671	BL41XU	芦川 雄二	Structural Insight into the Substrate- and Dioxygen-binding Manner in the Catalytic Cycle of Rieske Nonheme Iron Oxygenase System, Carbazole 1,9a-dioxygenase
-------	---------------	-----------------	-----------	--------	-------	---

### Bulletin of the Chemical Society of Japan

44430	Hiroki Mori	95 (2022) 942-952	2017B1831	BL46XU	尾坂 格	Effects of Acyloxy Groups in Anthrabiadiazole-Based Semiconducting Polymers on Electronic Properties, Thin-Film Structure, and Solar Cell Performance
			2018B1595	BL46XU	尾坂 格	

### The Canadian Mineralogist

44482	Anthony R. Kampf	60 (2022) 805-814	2021A1077	BL37XU	Brunner Joel	Matthiasweilite, PbTe <sup>4+</sup> O <sub>3</sub> , a New Tellurite Mineral from the Delamar Mine, Lincoln County, Nevada, USA
-------	------------------	----------------------	-----------	--------	--------------	---

### Catalysis Today

44325	Yuan Jing	410 (2023) 109-116	2019B1156	BL27SU	鳥屋尾 隆	Mechanistic Study on Three-way Catalysis over Pd/La/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> with High La Loading
			2018A1757	BL14B2	鳥屋尾 隆	

### Cell Reports Physical Science

44446	Tianxiang Chen	3 (2022) 100850	2021B1100	BL02B2	Lo Benedict	Atomically Precise Bimetallic Metal Ensembles with Tailorable Synergistic Effects
			2021B1099	BL01B1	Lo Benedict	
			2020A1088	BL02B2	Lo Benedict	
			2020A0565	BL01B1	Lo Benedict	

### Chem Catalysis

44445	Ching Kit Tommy Wun	2 (2022) 2346-2363	2021B1100	BL02B2	Lo Benedict	Atomically Dispersed 3d Metal Bimetallic Dual-atom Catalysts and Classification of the Structural Descriptors
			2021B1099	BL01B1	Lo Benedict	

### ChemCatChem

44426	Hiroki Miura	13 (2021) 4705-4713	2020A1381	BL01B1	三浦 大樹	Electrophilic C(sp <sup>2</sup> )-H Silylation by Supported Gold Catalysts
-------	--------------	------------------------	-----------	--------	-------	--

### Chemistry and Physics of Lipids

44517	Nozomi Honma	249 (2022) 105255	2016B1357	BL40B2	横田 麻美	Modulation of Function and Structure of Stratum Corneum in Sphingomyelin Synthase 2-deficient Mice
			2017A1413	BL40B2	徳留 嘉寛	
			2017B1315	BL40B2	徳留 嘉寛	
			2017B1320	BL40B2	徳留 嘉寛	
			2018A1473	BL40B2	徳留 嘉寛	
			2018A1478	BL40B2	徳留 嘉寛	
			2018B1254	BL40B2	徳留 嘉寛	
2018B1257	BL40B2	徳留 嘉寛				

### ChemistrySelect

44424	Yutaro Yagi	7 (2022) e202104575	2017B3631	BL14B1	籠宮 功	Influences of Hydration-Dehydration on Local Structure in Layered Perovskite LaSr <sub>3</sub> Fe <sub>3</sub> O <sub>10</sub>
			2019B3631	BL14B1	籠宮 功	

### ChemNanoMat

44626	Takaaki Suzuki	(2022) Online published 17 Nov. 2022	2020A1803	BL14B2	山口 和也	Creation of Highly Dispersed Supported Polyoxometalate Cesium Salts via Cation Exchange from Alkylammonium Salts on Supports
			2021B1918	BL14B2	山口 和也	
			2022A1803	BL14B2	矢部 智宏	

### ChemSusChem

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
44367	Kosuke Yamaguchi	15 (2022) e202102663	2021B1104	BL01B1	富重 圭一	Deoxydehydration of Biomass-Derived Polyols Over Silver-Modified Ceria-Supported Rhenium Catalyst with Molecular Hydrogen
			2021A1235	BL01B1	富重 圭一	

### Communications Biology

44507	Hideyuki Matsunami	4 (2021) 1291	2008B1382	BL41XU	今田 勝巳	Structure of the Bacterial Flagellar Hook Cap Provides Insights into a Hook Assembly Mechanism
			2015B6501	BL44XU	Samatey Fadel	
			2016A6601	BL44XU	Samatey Fadel	
			2016B6601	BL44XU	Samatey Fadel	

### Communications Earth & Environment

44429	Satoshi Okumura	3 (2022) 241	2019B1209	BL20XU	奥村 聡	Rheology of Nanocrystal-bearing Andesite Magma and its Roles in Explosive Volcanism
			2020A1433	BL20XU	奥村 聡	
			2021A1081	BL47XU	奥村 聡	

### Crystals

44283	Hidetoshi Miyazaki	12 (2022) 1403	2021A1462	BL02B2	宮崎 秀俊	Relation between Electronic Structure and Thermoelectric Properties of Heusler-Type Ru <sub>2</sub> VAl Compounds
-------	--------------------	-------------------	-----------	--------	-------	---

### CrystEngComm

44551	Lorraine A. Malaspina	22 (2020) 4778-4789	2013B1056	BL02B1	Grabowsky Simon	Hydrogen Atoms in Bridging Positions from Quantum Crystallographic Refinements: Influence of Hydrogen Atom Displacement Parameters on Geometry and Electron Density
			2014A1078	BL02B1	Grabowsky Simon	

### Current Research in Structural Biology

44321	Bowei Yang	3 (2021) 312-323	2019A2558	BL41XU	Liu Zhenfeng	The Phosphatidylglycerol Phosphate Synthase PgsA Utilizes a Trifurcated Amphipathic Cavity for Catalysis at the Membrane-cytosol Interface
-------	------------	---------------------	-----------	--------	--------------	--

### Earth, Planets and Space

44479	Akira Tsuchiyama	74 (2022) 172	2015A1624	BL20B2	土山 明	Three-dimensional Shape Distribution of Lunar Regolith Particles Collected by the Apollo and Luna Programs
-------	------------------	------------------	-----------	--------	------	--

### Ecology

44393	Chong Chen	104 (2023) e3847	2017B1767	BL20B2	佐々木 猛智	Anatomical Shifts Linked with Unusual Diets in Deep-sea Snails
-------	------------	---------------------	-----------	--------	--------	--

### ECS Transactions

44462	Takahiro Saida	109 (2022) 103	2019A1065	BL01B1	才田 隆広	Investigation of the Active Site on Rhodium Oxide for the Oxygen Reduction Reaction Using In-Situ XAFS
-------	----------------	-------------------	-----------	--------	-------	--

### Electrochemistry

44434	Akira Matsuzaki	90 (2022) 107001	2018B3641	BL14B1	荒井 創	Oxygen Reduction Activity and Interfacial Structures of La <sub>0.8</sub> Sr <sub>0.2</sub> CoO <sub>3</sub> at Initial Electrochemical Process in an Alkaline Solution
			2010B1817	BL14B2	菅野 了次	
			2010B3675	BL14B1	菅野 了次	
			2011A1866	BL46XU	菅野 了次	

### EPJ Web of Conferences

44288	Hideki Kohri	241 (2020) 01010	2019A6004	BL33LEP	堀田 智明	Recent Results of Charged Pion and Kaon Photoproduction on the Proton at SPing-8/LEPS
			2017A6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2017B6001	BL33LEP	堀田 智明	
			2018A6004	BL33LEP	堀田 智明	
			2018B6004	BL33LEP	堀田 智明	

### European Journal of Inorganic Chemistry

44598	Shinichiro Kawano	(2022) Online published 27 Nov. 2022	2017A1071	BL02B1	河野 慎一郎	Kinetically-Locked Metallomacrocyclic for Host-Guest Chemistry with Bulky Anions
			2018A1107	BL02B1	河野 慎一郎	
			2019B1112	BL02B1	河野 慎一郎	
			2020A1100	BL02B1	河野 慎一郎	
			2021A1084	BL02B1	河野 慎一郎	



### The European Physical Journal A

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
44342	Ayumi Kasagi	58 (2022) 190	2019A1372	BL47XU	吉本 雅浩	High-resolution Measurement of Hypernuclear Events in a Nuclear Emulsion with Hard X-ray Microscopy
			2020A1523	BL47XU	吉本 雅浩	

### FEBS Letters

44530	Ryuta Kanai	596 (2022) 2513-2524	2020A0171	BL41XU	豊島 近	Cryo-electron Microscopy of Na <sup>+</sup> ,K <sup>+</sup> -ATPase Reveals How the Extracellular Gate Locks in the E2·2K <sup>+</sup> State
-------	-------------	-------------------------	-----------	--------	------	--

### FEBS Open Bio

44560	Kohei Sasamoto	12 (2022) 1875-1885	2020A2546	BL45XU	中村 努	Functional Analysis of the N-terminal Region of Acetylcholin Esterase from <i>Caldanaerobacter subterraneus</i> Subsp. <i>Tengcongensis</i>
			2021A2748	BL45XU	中村 努	

### Frontiers in Materials

44463	Yusuke Kubo	9 (2022) 954110	2017B1304	BL39XU	石松 直樹	Visualization of the Disordered Structure of Fe-Ni Invar Alloys by Reverse Monte Carlo Calculations
			2017B1974	BL39XU	河村 直己	
			2018B1355	BL39XU	石松 直樹	
			2019A1530	BL39XU	石松 直樹	
			2021A1434	BL39XU	石松 直樹	

### Genes to Cells

44323	Norihiro Takekawa	26 (2021) 927-937	2018A2569	BL41XU	今田 勝巳	ZomB is Essential for Chemotaxis of <i>Vibrio alginolyticus</i> by the Rotational Direction Control of the Polar Flagellar Motor
			2019A2551	BL41XU	今田 勝巳	
			2020A2574	BL41XU	今田 勝巳	

### IEEE Electron Device Letters

44292	Yu-Shien Shiah	42 (2021) 1319-1322	2019A4701	BL15XU	金正煥	Unintended Carbon-Related Impurity and Negative Bias Instability in High-Mobility Oxide TFTs
			2019B4702	BL15XU	金正煥	

### International Journal of Fatigue

44619	Valary Tubei	168 (2023) 107428	2021A1574	BL20XU	Tubei Valary	Direct Observation of Three-dimensional Short Fatigue Crack Closure Behavior in Ti-6Al-4V Alloy using Ultra-high-resolution X-ray Microtomography
-------	--------------	----------------------	-----------	--------	--------------	---

### International Journal of Hydrogen Energy

44465	Hiroya Ito	47 (2022) 38635-38643	2022A1782	BL14B2	田代 啓悟	Improved Catalytic Stability of Pt/TiO <sub>2</sub> Catalysts for Methylcyclohexane Dehydrogenation via Selenium Addition
-------	------------	--------------------------	-----------	--------	-------	---

### International Journal of Plasticity

44296	Daixiu Wei	159 (2022) 103443	2019A1645	BL46XU	小泉 雄一郎	Si-addition Contributes to Overcoming the Strength-ductility Trade-off in High-entropy Alloys
-------	------------	----------------------	-----------	--------	--------	---

### iScience

44588	Akiko Yamaguchi	25 (2022) 104763	2019A1523	BL37XU	高橋 嘉夫	Extended X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy Measurements and <i>ab initio</i> Molecular Dynamics Simulations Reveal the Hydration Structure of the Radium(II) Ion
			2019B1498	BL37XU	高橋 嘉夫	
			2020A0174	BL37XU	高橋 嘉夫	
			2021A3712	BL22XU	横山 啓一	
			2021B3720	BL22XU	山口 瑛子	

### Journal of Alloys and Compounds

44362	Alexei A. Belik	922 (2022) 166297	2021A1334	BL02B2	Belik Alexei	Different Magnetic and Magnetodielectric Behavior of BaRFeO <sub>4</sub> Ferrites with R = Ho, Er, Tm, and Yb
			2019A4501	BL15XU	辻本 吉廣	

### Journal of Applied Crystallography

44548	Lorraine Malaspina	54 (2021) 718-729	2013B1056	BL02B1	Grabowsky Simon	The Advanced Treatment of Hydrogen Bonding in Quantum Crystallography
			2014A1078	BL02B1	Grabowsky Simon	

### Journal of Applied Physiology

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
44514	Erin McGillick	131 (2021) 997-1008	2018A0150	BL20B2	Hooper Stuart	Increased End-expiratory Pressures Improve Lung Function in Near-term Newborn Rabbits with Elevated Airway Liquid Volume at Birth

### Journal of Bacteriology

44322	Norihiro Takekawa	204 (2022) e00376-21	2019A2550	BL41XU	今田 勝巳	Structural Basis of Ubiquitin Recognition by a Bacterial Ovarian Tumor Deubiquitinase LotA
			2019A2551	BL41XU	今田 勝巳	

### The Journal of Biochemistry

44324	Norihiro Takekawa	170 (2021) 531-538	2019A2551	BL41XU	今田 勝巳	A Slight Bending of an $\alpha$ -helix in FlmM Creates a Counterclockwise-locked Structure of the Flagellar Motor in <i>Vibrio</i>
			2020A2574	BL41XU	今田 勝巳	

### The Journal of Biological Chemistry

44480	Junji Otani	288 (2013) 6351-6362	2010B1059	BL38B1	西野 達哉	Structural Basis of the Versatile DNA Recognition Ability of the Methyl-CpG Binding Domain of Methyl-CpG Binding Domain Protein 4
-------	-------------	-------------------------	-----------	--------	-------	---

### Journal of Biorheology

44431	Shusaku Kawano	36 (2022) 51-57	2016B1201	BL20B2	松本 健志	In-situ Deformation Imaging of Articular Cartilage using Grating-based Phase-contrast X-ray CT at a Synchrotron Light Source
			2018A1394	BL20B2	松本 健志	

### Journal of Electroanalytical Chemistry

44684	Yasushi Idemoto	928 (2023) 117064	2021A1644	BL14B2	井手本 康	Electrochemical Properties and Crystal and Electronic Structure Changes during Charge/Discharge of Spinel Type Cathode-materials $Mg_{1.33}V_{1.67-x}Mn_xO_4$ for Magnesium Secondary Batteries
			2021B1872	BL14B2	井手本 康	
			2019B1882	BL19B2	井手本 康	
			2020A1729	BL14B2	井手本 康	

### Journal of Materials Chemistry C

44294	Hiroki Taniguchi	8 (2020) 13627-13631	2019A1086	BL13XU	谷口 博基	Permittivity Boosting in "Yellow" (Nb + In) Co-doped $TiO_2$
-------	------------------	-------------------------	-----------	--------	-------	--

### Journal of Materials Science

44611	Xiaojing Liu	57 (2022) 21446-21459	2013B3721	BL22XU	葛蒲 敬久	Heat-induced Structural Changes in Magnesium Alloys AZ91 and AZ31 Investigated by in situ Synchrotron High-energy X-ray Diffraction
-------	--------------	--------------------------	-----------	--------	-------	---

### Journal of Non-Crystalline Solids

44295	Akira Saitoh	560 (2021) 120720	2019A4701	BL15XU	金正煥	Origins of the Coloration from Structure and Valence State of Bismuth Oxide Glasses
			2019B4702	BL15XU	金正煥	

### Journal of Organometallic Chemistry

44449	Julius Adrie Garcia	956 (2021) 122119	2019B1578	BL02B1	行本 万里子	A Unique 1,4-silyl Group Migration from Carbon to Carbon: Formation of Benzylic Silane in the Reaction of Sterically Hindered Benzylic Telluride with Alkylolithium
			2019B1774	BL02B1	鈴木 文陽	
			2020A0834	BL02B1	西野 龍平	

### Journal of Peptide Science

44461	Hidemine Furuya	(2022) Online published 23 Oct. 2022	2019A1290	BL40B2	古屋 秀峰	Direct Determination of the $\pi$ -helix Structure and Helix Transition Behavior of Poly( $\beta$ -phenethyl L-aspartate) via Synchrotron X-ray Diffraction
			2017B1168	BL45XU	古屋 秀峰	

### Journal of Power Sources

44301	Hayata Isozumi	468 (2020) 228332	2016B1581	BL46XU	駒場 慎一	Application of Modified Styrene-Butadiene-Rubber-Based Latex Binder to High-Voltage Operating $LiCoO_2$ Composite Electrodes for Lithium-Ion Batteries
-------	----------------	----------------------	-----------	--------	-------	--

### Journal of Sol-Gel Science and Technology

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
44458	Yoshiyuki Kuroda	104 (2022) 647-658	2021A5310	BL16B2	尾角 英毅	$\beta$ -FeOOH Nanorod as a Highly Active and Durable Self-repairing Anode Catalyst for Alkaline Water Electrolysis Powered by Renewable Energy

### Journal of Solid State Chemistry

44687	Akihiro Nakanishi	319 (2023) 123780	2022A5380	BL16B2	小林 裕	Effect of A-site Deficiency on Perovskite-type $Mn^{4+}$ -activated $La_{5/3}MgTaO_6$ Red Phosphor and Green Luminescence of the $Mn^{2+}$ Occupied Six-coordinate Site in $Mg_2LaTaO_6$
-------	-------------------	----------------------	-----------	--------	------	--

### Journal of Structural Biology

44464	Maya Nakatani	214 (2022) 107904	2019A2552	BL26B1	村川 武志	Crystal Structure of a Nucleotide-binding Domain of Fatty Acid Kinase FakA from <i>Thermus thermophilus</i> HB8
-------	---------------	----------------------	-----------	--------	-------	---

### Journal of Synchrotron Radiation

44410	Junji Matsui	29 (2022) 1251-1257	2019B3202	BL24XU	津坂 佳幸	Study of X-ray Topography using the Super-Bornmann Effect
			2020A3202	BL24XU	津坂 佳幸	
			2021A3202	BL24XU	津坂 佳幸	
			2021B3202	BL24XU	津坂 佳幸	

### Journal of the Ceramic Society of Japan

44563	Ryusei Ogawa	130 (2022) 403-409	2021B1470	BL04B2	萩原 学	Effect of Dual Doping by Rare-Earth and Sodium Ions on Thermoelectric Properties of $CaMnO_3$ Ceramics
-------	--------------	-----------------------	-----------	--------	------	--

### Journal of The Electrochemical Society

44300	Norikazu Yoshinaga	166 (2019) A5430	2017A1399	BL02B2	駒場 慎一	Lithium Magnesium Tungstate Solid as an Additive into $Li(Ni_{1/3}Mn_{1/3}Co_{1/3})O_2$ Electrodes for Li-Ion Batteries
-------	--------------------	---------------------	-----------	--------	-------	---

### Journal of the European Ceramic Society

44502	Gaku Okuma	43 (2023) 486-492	2021B1243	BL20XU	大熊 学	Heterogeneities and Defects in Powder Compacts and Sintered Alumina Bodies Visualized by using the Synchrotron X-ray CT
-------	------------	----------------------	-----------	--------	------	---

### Journal of Vacuum Science & Technology A

44406	Noritake Isomura	40 (2022) 063204	2021A5070	BL16XU	高橋 直子	Nanometer-scale Depth-resolved Hard X-ray Absorption Spectroscopy Based on the Detection of Energy-loss Auger Electrons with Low Energies
			2021B5070	BL16XU	高橋 直子	

### Langmuir

44492	Kejun Chen	38 (2022) 13497-13505	2019B1817	BL20XU	三俣 哲	In Situ Observation of the Movement of Magnetic Particles in Polyurethane Elastomer Densely Packed Magnetic Particles Using Synchrotron Radiation X-ray Computed Tomography
			2020A1700	BL20XU	三俣 哲	
			2021A1556	BL47XU	三俣 哲	

### Macromolecules

44373	Toan Van Nguyen	54 (2021) 8738-8750	2011B1464	BL40B2	佐々木 園	Effect of the 3-Hydroxyhexanoate Content on Melt-Isenthalmic Crystallization Behavior of Microbial Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate)
			理研	BL05XU		
			理研	BL45XU		

### Materials Horizons

44350	Hui Liu	7 (2020) 1912-1918	2019B1120	BL44B2	Chen Jun	An Intriguing Intermediate State as a Bridge between Antiferroelectric and Ferroelectric Perovskites
-------	---------	-----------------------	-----------	--------	----------	--

### Materials Today Energy

44613	Nadja Klipfel	29 (2022) 101110	2021B1870	BL19B2	柴山 直之	Zn(II) and Cu(II) Tetrakis(diarylamine)phthalocyanines as Hole-transporting Materials for Perovskite Solar Cells
			2021B1952	BL19B2	柴山 直之	

### Microstructures

44351	Botao Gao	2 (2022) 2022010	2020A1052	BL44B2	Chen Jun	An Intriguing Canting Dipole Configuration and its Evolution under an Electric Field in La-doped $Pb(Zr,Sn,Ti)O_3$ Perovskites
-------	-----------	---------------------	-----------	--------	----------	--

### Molecular Crystals and Liquid Crystals

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
44327	Saki Iyoda	728 (2021) 10-18	2019B1452	BL40B2	前田 大光	Preparation and Characterization of Macrocyclic Butadiyne Derivatives for Tubular Polydiacetylenes

### Molecular System Design & Engineering

44390	Ryohei Ikura	7 (2022) 733-745	2020A1524	BL43IR	高島 義徳	Fabrication and Mechanical Properties of Knitted Dissimilar Polymeric Materials with Movable Cross-links
			2021A1593	BL40B2	河合 優作	
			2021B1229	BL43IR	松葉 豪	
			2021A1196	BL40B2	松葉 豪	

### Nano Letters

44353	Shiqing Deng	21 (2021) 6648-6655	2019A1167	BL02B2	Chen Jun	Critical Role of Sc Substitution in Modulating Ferroelectricity in Multiferroic LuFeO <sub>3</sub>
			2019A1095	BL04B2	Chen Jun	
			2019A1340	BL04B2	Liang Erjun	
			2019B1120	BL44B2	Chen Jun	

### Nanomaterials

44364	Dmitry V. Karpinsky	12 (2022) 2813	2021A1334	BL02B2	Belik Alexei	Temperature-Driven Transformation of the Crystal and Magnetic Structures of BiFe <sub>0.7</sub> Mn <sub>0.3</sub> O <sub>3</sub> Ceramics
-------	---------------------	-------------------	-----------	--------	--------------	---

### Nanoscale

44603	Eisuke Yamamoto	14 (2022) 11561-11567	2020A1786	BL01B1	山本 瑛祐	Tailored Synthesis of Molecularly Thin Platinum Nanosheets using Designed 2D Surfactant Solids
-------	-----------------	--------------------------	-----------	--------	-------	--

### Nature Catalysis

44307	Feilong Xing	5 (2022) 55-65	2019B1620	BL01B1	古川 森也	Ternary Platinum-Cobalt-Indium Nanoalloy on Ceria as a Highly Efficient Catalyst for the Oxidative Dehydrogenation of Propane using CO <sub>2</sub>
			2019B1469	BL01B1	山添 誠司	

### Nature Electronic

44291	Yu-Shien Shiah	4 (2021) 800-807	2019A4701	BL15XU	金正煥	Mobility-stability Trade-off in Oxide Thin-film Transistors
			2019B4702	BL15XU	金正煥	

### Nature Materials

44657	Itsuki Konuma	(2022) Online published 12 Dec. 2022	2019B1685	BL19B2	藪内 直明	A Near Dimensionally Invariable High-capacity Positive Electrode Material
			2020A2135	BL04B2	尾原 幸治	

### Nature Structural and Molecular Biology

44519	Dongqing Pan	20 (2013) 987-993	2011A1210	BL41XU	中津 亨	Crystal Structure of Peroxisomal Targeting Signal-2 Bound to its Receptor Complex Pex7p-Pex21p
			2011A1289	BL41XU	中津 亨	

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

44382	Yoshiki Kudo	1018 (2021) 165804	2021A7412	BL07LSU	小嗣 真人	A Novel Measurement Approach for Near-edge X-ray Absorption Fine Structure: Continuous 2π Angular Rotation of Linear Polarization
-------	--------------	-----------------------	-----------	---------	-------	---

### Open Biology

44506	Daichi Takahashi	12 (2022) 220083	2018A2567	BL41XU	今田 勝巳	ATP-dependent Polymerization Dynamics of Bacterial Actin Proteins Involved in <i>Spiroplasma</i> Swimming
			2019A2550	BL41XU	今田 勝巳	
			2019A2550	BL45XU	今田 勝巳	

### Pediatric Research

44513	Arjan Te Pas	90 (2021) 1117-1119	2018A0150	BL20B2	Hooper Stuart	Neonatal Resuscitation Research: Closing the Gap
-------	--------------	------------------------	-----------	--------	---------------	--

### Physical Review A

44427	Akinobu Niozu	106 (2022) 043116	2019A8054	BL1	永谷 清信	Surface Explosion and Subsequent Core Expansion of Laser-heated Clusters Probed by Time-resolved Photoelectron Spectroscopy
-------	---------------	----------------------	-----------	-----	-------	---

### Physical Review 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
44469	Tomohiro Takayama	4 (2022) 043079	2018B4139	BL12B2	高山 知弘	Competing Spin-orbital Singlet States in the 4d <sup>4</sup> Honeycomb Ruthenate Ag <sub>3</sub> LiRu <sub>2</sub> O <sub>6</sub>

### Polymer Journal

44310	Hiroko Yamamoto	55 (2023) 27-43	2020A7225	BL03XU	田代 孝二	Synchrotron X-ray-analyzed Inner Structure of Polyethylene Spherulites and Atomistic Simulation of a Trigger of the Lamellar Twisting Phenomenon
			2019B7261	BL03XU	船城 健一	
			2018B7263	BL03XU	船城 健一	
			2017B7263	BL03XU	船城 健一	
			2017A7211	BL03XU	船城 健一	
			2016A7212	BL03XU	船城 健一	
			2015B7262	BL03XU	船城 健一	
			2014B7262	BL03XU	船城 健一	
2013B7262	BL03XU	船城 健一				
2013A7214	BL03XU	船城 健一				

### Proceedings of the 12th International Conference on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet

44303	Ryo Sasaki	(2021) 1337	2019A1627	BL20XU	佐々木 遼	In-situ Observation of the Crystallization and Growth Behavior of Fe-Zn Intermetallic Compound ("Bottom Dross") in the Molten Zinc using X-ray Transmission Imaging Method
			2018A1551	BL20XU	佐々木 遼	
			2018B1587	BL20XU	佐々木 遼	

### Protein Engineering Design and Selection

44558	Yuya Shimozawa	35 (2022) gzac008	2021A2748	BL45XU	中村 努	Reducing Substrate Inhibition of Malate Dehydrogenase from <i>Geobacillus stearothermophilus</i> by C-terminal Truncation
			2021A6627	BL44XU	中村 努	
			2020A6531	BL44XU	中村 努	
			2021B6627	BL44XU	中村 努	

### RSC Advances

44540	Chisako Kanzaki	12 (2022) 30670-30681	2020A0845	BL40B2	神崎 千沙子	Ionic Supramolecular Polymerization of Water-soluble Porphyrins: Balancing Ionic Attraction and Steric Repulsion to Govern Stacking
			2021A1591	BL40B2	神崎 千沙子	
			2021B1267	BL40B2	沼田 宗典	
			2022A1728	BL40B2	神崎 千沙子	
			2021A1590	BL43IR	神崎 千沙子	
			2021B1778	BL43IR	神崎 千沙子	
			2022A1725	BL43IR	神崎 千沙子	

### Science Advances

44597	Hiroshi Inaba	8 (2022) abq3817	2021A2745	BL32XU	塚崎 智也	Generation of Stable Microtubule Superstructures by Binding of Peptide-fused Tetrameric Proteins to Inside and Outside
-------	---------------	---------------------	-----------	--------	-------	--

### Seminars in Fetal and Neonatal Medicine

44512	Stuart B. Hooper	24 (2019) 101033	2018A0150	BL20B2	Hooper Stuart	Issues in Cardiopulmonary Transition at Birth
			2016A0132	BL20B2	Hooper Stuart	

### Small

44299	Yusuke Yoda	16 (2020) 2006483	2017A1399	BL02B2	駒場 慎一	Elucidating Influence of Mg- and Cu-Doping on Electrochemical Properties of O <sub>3</sub> -Na <sub>x</sub> [Fe,Mn]O <sub>2</sub> for Na-Ion Batteries
			2017B1312	BL02B2	駒場 慎一	

### Structure

44596	Hidetaka Kohga	30 (2022) 1088-1097	2020A2564	BL32XU	塚崎 智也	Crystal Structure of the Lipid Flippase MurJ in a "Squeezed" Form Distinct from its Inward- and Outward-facing Forms
			2015A1061	BL32XU	塚崎 智也	

### Waste Management

44685	Yuki Nagao	157 (2023) 18-24	2019B1832	BL14B2	長尾 有記	Characterization of Trace Elements in Coal Fly Ash by Extraction, Micro-PIXE, TOF-SIMS, and XAFS
			2021A1634	BL14B2	橋本 洋平	

### 軽金属 (Journal of Japan Institute of Light Metals)

44607	Serina Tanaka	72 (2022) 593-599	2019A1613	BL27SU	足立 大樹	Investigation of the Role of Sn on Negative Effect in Two-step Aging in an Al-Mg-Si Alloy by XAFS Analysis
			2020A1844	BL14B2	田中 芹奈	

計測と制御 (Journal of the Society of Instrument and Control Engineers)

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
44566	Wataru Yashiro	60 (2021) 192-196	2020A0176	BL28B2	矢代 航	Millisecond-Order X-ray Tomography Using Synchrotron Radiation
			2020A0559	BL28B2	矢代 航	

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

44691	Kenji Suzuki	71 (2022) 1005-1012	2020A3721	BL22XU	菖蒲 敬久	A Study on Stress Measurement of Weld Part using Double Exposure Method
			2020A3684	BL14B1	鈴木 賢治	
			2021A3684	BL14B1	鈴木 賢治	
			2020A1425	BL28B2	三浦 靖史	
			2021B2007	BL28B2	豊川 秀訓	

作物研究 (Journal of Crop Research)

44316	Tatsuya Inamura	67 (2022) 41-49	2016B1797	BL20B2	稲村 達也	Evaluation of Large Vascular Bundle of Panicle Neck Internode of Rice Seed Aggregate and Rice Straw Aggregate Excavated from the Remains by X-ray CT Measuring
			2018A1700	BL20B2	稲村 達也	
			2018B1741	BL20B2	稲村 達也	
			2020A1279	BL28B2	稲村 達也	

電気化学 (Denki Kagaku)

44391	Koji Amezawa	20 (2022) 32-38	2019A1467	BL37XU	雨澤 浩史	3D Operando Analysis of Reaction Distribution in All-Solid-State Batteries Using Synchrotron X-ray
			2019B1639	BL37XU	雨澤 浩史	
			2018B1280	BL37XU	雨澤 浩史	
			2018A1372	BL37XU	雨澤 浩史	

日本物理学会誌 (Butsuri)

44387	Hiroki Wadati	73 (2018) 4-5	2016A7403	BL07LSU	和達 大樹	Observing Element-Specific Spin Dynamics
			2016B7403	BL07LSU	和達 大樹	
			2016A7504	BL07LSU	田久保 耕	
			2016B7518	BL07LSU	平田 靖透	

分析化学 (Bunseki Kagaku)

44495	Tomoko Kajiwara	71 (2022) 541-547	2020A0570	BL43IR	高原 淳	Characterization of Microplastics by Advanced Analytical Techniques
			2021A1173	BL43IR	高原 淳	

まぐね (Magnetics Japan)

44386	Hiroki Wadati	14 (2019) 140-145	2017B8060	BL3	和達 大樹	Spin Dynamics Observed by Time-resolved X-ray Magnetic Circular Dichroism
			2017B8088	BL3	久保田 雄也	

まてりあ (Materia Japan)

44565	Hiroyuki Kudo	61 (2022) 7-14	2020A0176	BL28B2	矢代 航	Fundamental and Trend of Tomographic Image Reconstruction: from Analytical Reconstruction Method, through Compressed Sensing, to Deep Learning
			2020A0559	BL28B2	矢代 航	
			2020A0560	BL28B2	矢代 航	
			2021A1083	BL28B2	矢代 航	
			2021B1318	BL28B2	矢代 航	

有機合成化学協会誌 (Journal of Synthetic Organic Chemistry, Japan)

44443	Kazuki Ueda	80 (2022) 930-940	2022A1354	BL02B1	村田 理尚	Design and Short-step Synthesis of $\pi$ -Conjugated Networks toward n-Type Semiconducting Materials
			2022A1189	BL40B2	平井 智康	
			2021B1435	BL02B1	村田 理尚	
			2021B1157	BL40B2	平井 智康	
			2020A1056	BL02B1	笹森 貴裕	
			2019B1129	BL02B1	笹森 貴裕	
			2019A1057	BL02B1	笹森 貴裕	

博士論文 (大阪大学)

44341	Kento Katagiri	(2022)	2018A8036	BL3	尾崎 典雅	Study on Elastic-plastic Deformation Dynamics of Diamond using Laser-driven Shock Compression
-------	----------------	--------	-----------	-----	-------	---

課題以外の成果として登録された論文

Acta Crystallographica Section D

研究成果番号	主著者	雑誌情報		ビームライン	タイトル
44355	Vladimir Timofeev	68 (2012) 1660-1670		BL41XU	X-ray Study of the Conformational Changes in the Molecule of Phosphopantetheine Adenylyltransferase from <i>Mycobacterium tuberculosis</i> during the Catalyzed Reaction
44450	Hyounsok Kim	69 (2013) 420-431	理研	BL26B1	Structural Basis for the Inhibition of <i>Mycobacterium tuberculosis</i> LD-transpeptidase by Meropenem, a Drug Effective against Extensively Drug-resistant Strains
44559	Hideshi Yokoyama	69 (2013) 504-512		BL41XU	Structure of a Double-stranded DNA (6-4) Photoproduct in Complex with the 64M-5 Antibody Fab
44654	Ang Gao	69 (2013) 82-91		BL44XU	High-resolution Structures of AidH Complexes Provide Insights into a Novel Catalytic Mechanism for <i>N</i> -acyl Homoserine Lactonase
44660	Amal Casañas	69 (2013) 1054-1061		BL44XU	New Features of Vault Architecture and Dynamics Revealed by Novel Refinement using the Deformable Elastic Network Approach

The Journal of Biological Chemistry

44378	Kensuke Nakamura	287 (2012) 25478-25489		BL41XU	Structural Basis for Membrane Binding Specificity of the Bin/Amphiphysin/Rvs (BAR) Domain of Arfaptin-2 Determined by Arl1 GTPase
44470	Yoko Chiba	288 (2013) 11448-11458		BL32XU	Structural Units Important for Activity of a Novel-type Phosphoserine Phosphatase from <i>Hydrogenobacter thermophilus</i> TK-6 Revealed by Crystal Structure Analysis
44520	Mayuko Sakuma	288 (2013) 17451-17459		BL41XU	X-ray Structure Analysis and Characterization of AFUEI, an Elastase Inhibitor from <i>Aspergillus fumigatus</i>
				BL32XU	

PLoS One

44476	Tomonobu M. Watanabe	8 (2013) e73212		BL38B1	Glycine Insertion Makes Yellow Fluorescent Protein Sensitive to Hydrostatic Pressure
44653	Kentaro Kumoi	8 (2013) e60294		BL44XU	An Archaeal Homolog of Proteasome Assembly Factor Functions as a Proteasome Activator
44661	Jiro Kikuchi	8 (2013) e60649		BL44XU	Homopiperazine Derivatives as a Novel Class of Proteasome Inhibitors with a Unique Mode of Proteasome Binding

ACS Chemical Biology

44472	Mitsuyasu Kawaguchi	8 (2013) 1713-1721		BL32XU	Screening and X-ray Crystal Structure-based Optimization of Autotaxin (ENPP2) Inhibitors, Using a Newly Developed Fluorescence Probe
				BL41XU	
44642	Atsushi Minami	9 (2014) 562-569		BL41XU	Allosteric Regulation of Epoxide Opening Cascades by a Pair of Epoxide Hydrolases in Monensin Biosynthesis

Acta Crystallographica Section F

44371	T. Petrova	68 (2012) 1440-1447		BL41XU	ATP-dependent DNA Ligase from <i>Thermococcus</i> sp. 1519 Displays a New Arrangement of the OB-fold Domain
44614	Aiko Fujino	69 (2013) 1344-1348		BL41XU	Structure of the $\beta$ -form of Human MK2 in Complex with the Non-selective Kinase Inhibitor TEI-L03090

Cell Research

44377	Weijiao Huang	22 (2012) 473-489		BL41XU	Crystal Structure and Biochemical Analyses Reveal Beclin 1 as a Novel Membrane Binding Protein
44599	Qin Yu	23 (2013) 775-787		BL41XU	Structural Analyses of <i>Legionella</i> LepB Reveal a New GAP Fold that Catalytically Mimics Eukaryotic RasGAP

Nucleic Acids Research

44372	Akio Kawahara-Kobayashi	40 (2012) 10576-10584		BL41XU	Simplification of the Genetic Code: Restricted Diversity of Genetically Encoded Amino Acids
44485	Kayo Nozawa	41 (2013) 3901-3914		BL41XU	Crystal Structure of Cex1p Reveals the Mechanism of tRNA Trafficking between Nucleus and Cytoplasm

Biochemical Journal

44529	Vladimir V. Rogov	454 (2013) 459-466		BL41XU	Structural Basis for Phosphorylation-triggered Autophagic Clearance of <i>Salmonella</i>
-------	-------------------	-----------------------	--	--------	--

### Biochemistry

研究成果番号	主著者	雑誌情報		ビームライン	タイトル
44689	Seiji Ishii	52 (2013) 2545-2555		BL44XU	Boundary of the Nucleotide-Binding Domain of <i>Streptococcus</i> ComA Based on Functional and Structural Analysis

### Biochemistry (Moscow)

44508	Vladimir Timofeev	78 (2013) 252-259		BL41XU	Three-dimensional Structure of Carboxypeptidase T from <i>Thermoactinomyces vulgaris</i> in Complex with N-BOC-L-leucine
-------	-------------------	----------------------	--	--------	--

### BMB Reports

44356	Seong-Hun Park	45 (2012) 239-241		BL41XU	<i>Bacillus subtilis</i> HmoB is a Heme Oxygenase with a Novel Structure
-------	----------------	----------------------	--	--------	--

### Cell Reports

44641	Tian Xie	5 (2013) 70-78		BL41XU	Structural Insights into RIP3-Mediated Necroptotic Signaling
-------	----------	-------------------	--	--------	--

### EMBO Reports

44432	Hirokazu Yagi	13 (2012) 462-468		BL44XU	A Non-canonical UBA-Ubl Interaction Forms the Linear-Ubiquitin-Chain Assembly Complex
-------	---------------	----------------------	--	--------	---

### The FEBS Journal

44374	Tamara Tikhonova	279 (2012) 4052-4061		BL41XU	Comparative Structural and Functional Analysis of Two Octaheme Nitrite Reductases from Closely Related <i>Thioalkalivibrio</i> Species
-------	------------------	-------------------------	--	--------	--

### FEBS Letters

44456	Yuri Uemura	587 (2013) 2669-2674		BL26B2	Crystal Structure of the Ligand-binding form of NanoRNase from <i>Bacteroides fragilis</i> , a Member of the DHH/DHHA1 Phosphoesterase Family of Proteins
-------	-------------	-------------------------	--	--------	---

### Genes and Development

44590	Weijiao Huang	27 (2013) 2039-2048		BL41XU	Mechanistic Insights into CED-4-mediated Activation of CED-3
-------	---------------	------------------------	--	--------	--

### Immunity

44602	Jana K. Eckert	39 (2013) 647-660		BL41XU	The Crystal Structure of Lipopolysaccharide Binding Protein Reveals the Location of a Frequent Mutation that Impairs Innate Immunity
-------	----------------	----------------------	--	--------	--

### Journal of Molecular Biology

44481	Setsu Nakae	425 (2013) 4468-4478		BL38B1	Structure of Novel Enzyme in Mannan Biodegradation Process 4-O-β-D-Mannosyl-D-Glucose Phosphorylase MGP
-------	-------------	-------------------------	--	--------	---

### Journal of Synchrotron Radiation

44616	Zuoqi Gai	20 (2013) 854-858		BL41XU	Crystal Structure Analysis, Overexpression and Refolding Behaviour of a DING Protein with Single Mutation
-------	-----------	----------------------	--	--------	---

### Journal of Virology

44486	Yuichi Yagita	87 (2013) 2253-2263		BL41XU	Distinct HIV-1 Escape Patterns Selected by Cytotoxic T Cells with Identical Epitope Specificity
-------	---------------	------------------------	--	--------	---

### Molecular Pharmacology

44528	Vipul Gupta	84 (2013) 824-833		BL41XU	Salicylic Acid Induces Mitochondrial Injury by Inhibiting Ferrochelatase Heme Biosynthesis Activity
-------	-------------	----------------------	--	--------	---

### Nature Structural and Molecular Biology

44451	Frank Bürmann	20 (2013) 371-379		BL41XU	An Asymmetric SMC-kleisin Bridge in Prokaryotic Condensin
-------	---------------	----------------------	--	--------	---



### Scientific Reports

研究成果番号	主著者	雑誌情報		ビームライン	タイトル
44646	Sun-Yong Kim	3 (2013) 3294		BL41XU	Structure of the RecQ C-terminal Domain of Human Bloom Syndrome Protein

### PLoS Biology

44601	Jinzhong Lin	11 (2013) e1001669		BL41XU	An RNA-Binding Complex Involved in Ribosome Biogenesis Contains a Protein with Homology to tRNA CCA-Adding Enzyme
-------	--------------	-----------------------	--	--------	---

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

44475	Atsushi Furukawa	110 (2013) 17438-17443		BL32XU	Structural Analysis for Glycolipid Recognition by the C-type Lectins Mincle and MCL
-------	------------------	---------------------------	--	--------	---

### Protein & Cell

44606	Yao Sun	4 (2013) 782-792		BL41XU	An Open Conformation Determined by a Structural Switch for 2A Protease from Coxsackievirus A16
-------	---------	---------------------	--	--------	--

### Protein Engineering Design and Selection

44471	F. Mimoto	26 (2013) 589-598		BL32XU	Engineered Antibody Fc Variant with Selectively Enhanced FcγRIIb Binding over both FcγRIIa <sup>R131</sup> and FcγRIIa <sup>H131</sup>
-------	-----------	----------------------	--	--------	--

### Structure

44460	Katsuhiko Kamada	21 (2013) 581-594		BL26B2	Molecular Basis of SMC ATPase Activation: Role of Internal Structural Changes of the Regulatory Subcomplex ScpAB
-------	------------------	----------------------	--	--------	--

## 専用ビームラインにおける評価・審査の結果について

公益財団法人高輝度光科学研究センター  
利用推進部

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

### 記

#### 中間評価

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

#### 事後評価

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

詳細は、以下に示す各施設の評価報告書をご覧ください。

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

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

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

以下、共同体から本委員会に提出された「フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 (FSBL) 第二期 中間評価報告書 (専用施設 BL03XU)」と 2022 年 12 月 7 日に開催された第 36

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

### 1. 「装置の構成と性能」に対する評価

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

### 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

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

### 3. 「研究課題、内容、成果」に対する評価

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

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

### 4. 「今後の計画」に対する評価

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

以上

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

### General statement

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

### Comments on the specified issues

#### 1. Facility Status and Developments

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

## 2. Operation and Management

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

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

## 3. Research Activities

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

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

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

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

#### Conclusion

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

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

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

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

以下、項目毎の評価・審査結果を記載する。

#### 1. 「ビームラインとステーションの構成と性能」に対する評価

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

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

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

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

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

## 2. 「施設運用及び利用体制」に対する評価

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

## 3. 「利用成果」に対する評価

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

2018 年から 2022 年までの学術雑誌への発表論文

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

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

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

以 上



利用系活動報告

## 放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室 多目的回折散乱チーム

公益財団法人高輝度光科学研究センター

放射光利用研究基盤センター

<sup>1)</sup>回折・散乱推進室、<sup>2)</sup>産業利用・産学連携推進室

今井 康彦<sup>1)</sup>、中村 唯我<sup>1)</sup>、辻 成希<sup>1)</sup>、小金澤 智之<sup>2),1)</sup>、  
隅谷 和嗣<sup>1)</sup>、梶原 堅太郎<sup>2),1)</sup>、一柳 光平<sup>1)</sup>、福山 祥光<sup>1)</sup>

### 1. はじめに

多目的回折散乱チームは、旧構造物性 I グループ<sup>1)</sup>結晶構造物性チームと構造物性 II グループ<sup>2)</sup>低次元・非周期構造チームそれぞれの一部がまとまる形で 2021 年 4 月に発足した。回折・散乱推進室内には 2 つのチームがあり、1 つが粉末回折・全散乱チーム<sup>3)</sup>で、もう 1 つが本チームである。粉末回折・全散乱チームは担当する実験手法がある程度明確であるのに対して、多目的回折散乱チームはチーム名が示すとおり X 線回折・散乱を使った幅広い手法を担当している。主な手法としては、単結晶の精密構造解析、高分解能コンプトン散乱、磁気コンプトン散乱、コンプトン散乱イメージング、in-situ X 線回折、応力測定、operando CTR 散乱、薄膜 X 線回折、ナノビーム X 線回折、エネルギー分散型 X 回折、白色 X 線トポグラフィ、ラウエパターンマッピング、微小単結晶構造解析などがある。本チームが担当するビームライン (BL) と実験ステーション (実験ハッチ (EH)、光学ハッチ (OH)) は、単結晶構造解析 BL (BL02B1)、高エネルギー非弾性散乱 BL (BL08W)、X 線回折・散乱 I BL (BL13XU EH1、EH2、EH4)、白色 X 線回折 BL (BL28B2 OH2)、高フラックス BL (BL40XU EH2) となっている (表 1)<sup>註1)</sup>。

本稿ではこれらの BL とステーションにおける多目的回折散乱チームの活動を紹介する。

表 1 多目的回折散乱チームが担当する BL と装置<sup>註1)</sup>

BL	光源	ハッチ	装置
BL02B1	BM	EH1	単結晶構造解析装置
BL08W	W	EH1	コンプトン散乱
BL13XU	U	EH1 EH2 EH4	多目的 6 軸回折計 回折計測汎用フレーム ナノビーム X 線回折装置
BL28B2	BM	OH2	多目的 4 軸回折計
BL40XU	Helical U	EH2	微小単結晶構造解析装置

### 2. BL02B1

BL02B1 では、高エネルギー X 線を活かした電子密度レベルの精密構造解析が可能である。Si(311)二結晶分光器とサジタル集光によって、50 keV までの高エネルギー X 線をビームサイズ  $\phi 200 \mu\text{m}$  で利用することができる。高エネルギー X 線を利用することで、試料による X 線の吸収の影響を低減するとともに、広い逆空間をカバーし、高い分解能を実現している。回折計は、結晶構造データベースへの登録時に求められる Completeness、すなわち、格子体積、対称性、 $2\theta$  の最大値に対して期待される全反射数の充足率を達成できるよう、4 軸 ( $\chi$ - $\phi$ - $\omega$ - $2\theta$  の 4 軸) の自由度を有している。また、高エネルギー X 線を効率よく測定するために、検出器にはセンサーに CdTe を用いたハイブリッド型 2 次元検出器 PILATUS3 X CdTe 1M を用いている<sup>4)</sup>。大量のデータ生成に備えて、BL には 600 TB のデータ保存用ストレージを整備済みである。

<sup>註1)</sup>ここに示した BL は BL02B1 以外、他の室・チームが担当する手法 (BL08W と BL13XU は粉末回折・全散乱チーム、BL28B2 は散乱・イメージング推進室 顕微・動的画像計測チーム、BL40XU は散

乱・イメージング推進室 時分割小角・広角散乱チーム) と相乗りする形になっている。1 つの BL を複数の実験手法の相乗りにすることで、挿入光源の共用 BL の数が限られているという状況に対応している。

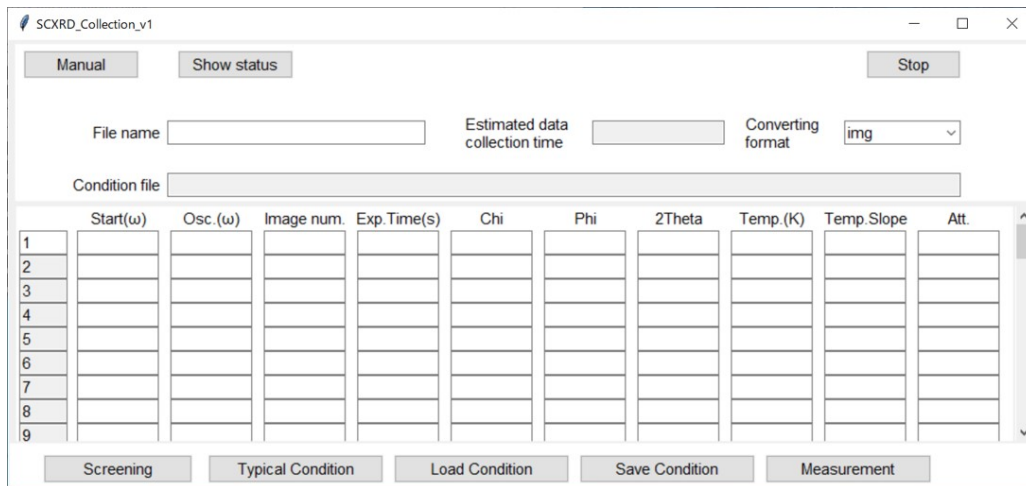


図1 BL02B1 で新たに開発した回折計制御プログラムのGUI。

このように BL02B1 では、高エネルギーX線と4軸回折計を組み合わせることで、無機物質のみならず有機物質も含めた多種多様な試料が測定可能となっている。一片が 10  $\mu\text{m}$  以下の大きさの微小単結晶は BL40XU EH2、タンパク結晶は構造生物 BL で測定されているが、BL02B1 は、これら以外の単結晶の構造解析を一手に引き受けている。

近年では、大量の試料を高速に測定するハイスループット測定ニーズに応えるため、試料環境や試料形状に依存しない全自動測定システムの構築に取り組んでいる。ロボットにより試料の搬送と取り付けを、電動ゴニオメータヘッドにより試料のセンタリングを行い、自動で一連の測定を実行するような全自動測定システムの構築を目指している。詳細は、SPring-8/SACLA 利用者情報<sup>9)</sup>に記載しているのでそちらをご参照願いたい。2021年度は、全自動測定システムの一部となる新たな測定プログラムを Python3 を用いて開発した(図1)。新しいプログラムでは、従来のプログラムにはなかった駆動軸のソフトウェアリミット機能を実装した。これによって、従来起こっていた実験条件の誤入力による装置エラーの可能性を排除でき、安全性の向上と実験の効率化を達成した。本プログラムは、回折計の制御と検出器の制御に加えて、Rapid や CrysAlis Pro などの単結晶構造解析用ソフトウェアで必要となる種々のファイルの生成も行うことができる。本プログラムは既にユーザー利用実験に使われており、ユーザーの声を受けて随時改良を重ねている。現在、本プログラムをベースとして、全自

動測定に向けたシステムの開発を進めている。

### 3. BL08W

BL08W では、100 keV から 300 keV までの高エネルギーX線が利用できるため、その特徴を活かした、高エネルギーX線回折、蛍光X線分析、コンプトン散乱が行われている。ここでは、コンプトン散乱に関して述べる。BL08W では、高分解能コンプトン散乱、磁気コンプトン散乱、コンプトン散乱イメージングの3種類の実験手法が行われている。

高分解能コンプトン散乱は、主に Fermi 面の観測手法として用いられている。ド・ハースファン・アルフェン効果や、角度分解光電子分光法などが Fermi 面の観測手法として有名であるが、高分解能コンプトン散乱は他にない特徴を有している。高分解能コンプトン散乱では、高エネルギーX線を利用するため、結晶表面の酸化や変質の影響を受けることなく完全にバルクの状態を計測することが可能であり、強磁場、電場、高圧化で、低温から高温まで様々な条件下で測定が可能である。また試料は、如何なる雰囲気でも計測可能であり、試料のハンドリングが容易であることも大きな特徴である<sup>10)</sup>。

磁気コンプトン散乱は、円偏光X線を用いて強磁性体のコンプトン散乱を測定すると、スピんに依存したコンプトンプロファイル(磁気コンプトンプロファイル:MCP)を測定できる。MCPは、スピんに依存する電子運動量密度分布を反映するため、磁気コンプトン散乱により、磁性電子の電子状態を観測することが

できる。また、MCP の磁場依存を計測することにより、スピン磁化ヒステリシス測定を行うことができる（スピンの絶対値計測に対応）。スピン磁化ヒステリシス測定と、通常の磁化測定との比較を行うことにより、軌道磁化ヒステリシスも得ることができる。磁気コンプトン散乱は、スピン・軌道分離測定（LS 分離測定）を実験的に実行する数少ない手法の 1 つである。また、磁気コンプトン散乱では、高エネルギー円偏光 X 線が必要不可欠であるため、世界で唯一、SPring-8 BL08W でしか行えない研究手法となっている<sup>7)</sup>。

点型、線型、面型の 3 つのコンプトン散乱イメージング手法があり、BL08W では、点型、面型の二つの手法を採用している<sup>8,9)</sup>。いずれの手法も、シート状 ( $V \times H = 10 \mu\text{m} \times 1 \text{mm}$ ) に整形したビームを用いて計測を行う。点型は、90°鉛直方向に散乱されたコンプトン散乱 X 線を、コリメーターを用いて測定視野を限定して、点として観測する。面内分解能は、コリメーターサイズにより制限され、最小の分解能は 500  $\mu\text{m}$  である。コンプトン散乱 X 線は、Ge 半導体検出器で計測するため、高いエネルギー分解能での計測が可能である。また、コンプトン散乱は、軽元素に対する感度が比較的に高いため、軽元素分布の定量解析に利用されている。ただし、点型であるため、2 次元、3 次元でのイメージングは簡単ではない。そこで、2 次元、3 次元のイメージングを行うことを目的として面型のコンプトン散乱イメージング装置が利用されている。面型は、90°鉛直方向に散乱されたコンプトン散乱 X 線を、ピンホールを介した計測手法方法である（図 2）。基本的に可視光のピンホールカメラと同原理であるが、観測するのが測定対象から散乱されてコンプトン散乱 X 線であるため、物質中の断面図が得られることが特徴である。検出器にはエネルギー分散型

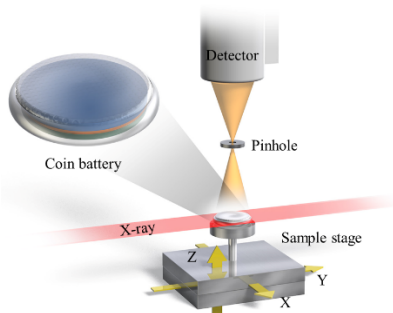


図 2 面型コンプトン散乱イメージングの実験配置図。

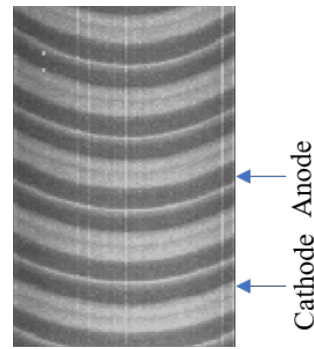


図 3 円筒電池の断面図。

の CdTe<sub>2</sub> 次元検出器（HEXITEC）を利用している。Ge 半導体検出器に比べるとエネルギー分解能は悪いが、ピクセル毎にエネルギー分散のデータが得られるため、コンプトン散乱イメージングと同時に蛍光 X 線イメージングも行うことができ、複合的なイメージングを行うことが可能である。図 3 に、面型で取得した円筒電池のイメージング結果を示す。

#### 4. BL13XU

BL13XU は 2021 年度まで表面・界面構造解析 BL として運用されてきたが、BL 再編に伴い、2022 年度より X 線回折・散乱 I BL と名称を変え、4 つの実験ハッチの内 3 つの実験ハッチで装置が入れ替えられた。同時に年 2 回だった課題募集も年 6 回に変更になっている。

##### 4.1 BL13XU EH1

BL13XU 実験ハッチ 1 には HUBER 社製多目的 6 軸回折計が設置されている。本回折計は共用 BL 再編計画<sup>10)</sup>に基づき、2022 年 2 月ユーザータイム終了後に BL46XU（旧産業利用 III、現 HAXPES II）実験ハッチ 1 から BL13XU に移設し、2022 年 6 月よりユーザー利用を再開した。これまで産業利用を対象とした装置であったが、BL13XU 移設後は年 6 回募集や測定代行（成果専有時期指定課題（時間単位利用）にて受付）などの利用制度は維持しつつ、学術分野からの利用も可能となった。また BL13XU はこれまで表面・界面にターゲットをおいた BL であったが、再編後は研究分野を問わず幅広い利用を受け入れている。本回折計（図 4）は検出器や試料環境装置などの周辺機器や制御システムをそのまま移設したので、装置としては大きな変更点はない<sup>11)</sup>。一方、BL 再編に伴い、



図4 BL13XU 実験ハッチ 1 に設置されている多目的6軸回折計。

2 結晶分光器の分光結晶を Si(111)に加えて Si(311)が利用できるようになったため<sup>12)</sup>、40~72 keV の高エネルギー X 線利用には大きなメリットとなっている。

BL13XU 移設後のユーザー利用は、金属引張変形中 in-situ X 線回折、金属材料応力測定、全固体リチウムイオン電池昇温時 X 線回折、電気化学 operando CTR、薄膜 X 線回折（電圧印加時逆格子マップ、GIWAXS、異常分散 XRD、マイクロビーム X 線回折、アモルファス薄膜 GIXS）など、材料・測定手法・その場観察手法が多岐にわたる。今後も多種多様な測定を柔軟に受け入れられるように整備を進めていく。

#### 4.2 BL13XU EH2

従来、基板試料や薄膜試料、試料表面・界面などの X 線回折測定には、多軸回折計がよく用いられてきた。多軸回折計は試料や検出器の回転に高い自由度をもち、広い逆格子空間にアクセス可能であるが、その構造上、試料周辺の空間が制限される。一方、近年では静的な回折実験に加えて、試料に外場印加や加熱冷却などを行いながらその最中の回折の変化を測定する、いわゆる in-situ/operando 測定の需要が増えてきている。この際、試料環境装置の設計には回折計による空間の制限を考慮し、放射光実験専用の装置を新たに設計する必要があった。このため、試料周辺空間を広く確保した、特別な X 線回折装置の開発が望まれていた。

こうした背景から、我々は 2022 年度に、BL13XU の実験ハッチ 2 において、回折計測汎用フレームと名付けた回折装置の整備を実施した<sup>13)</sup>。回折計測汎用フ

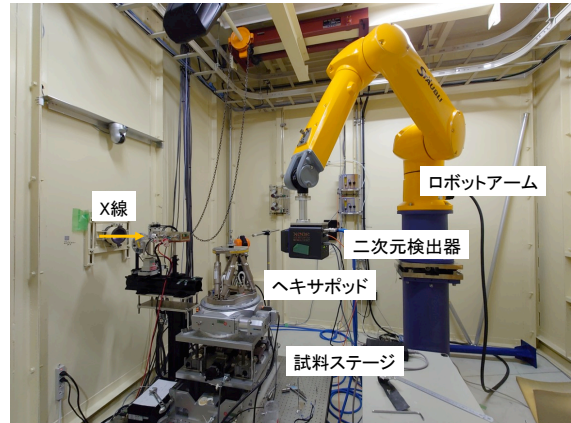


図5 回折計測汎用フレーム。

ムは、主にヘキサポッド搭載試料ステージと検出器保持用ロボットアームで構成される（図 5）。ヘキサポッドは、試料の位置 XYZ および傾き Rx、Ry、Rz を自由に制御可能である。本装置では、ヘキサポッドに大型の XZ ステージおよび回転ステージが組み合わされ、試料の位置、方位の制御が可能である。装置の耐荷重は 250 kg となっており、大型の試料環境装置の設置が可能な性能をもっている。

この試料ステージに、検出器保持のためのロボットアームが組み合わされる。ロボットアームは最大積載荷重 25 kg、リーチ範囲約 2 m である。ロボットアームの先端には 2 次元検出器が取り付けられる。ロボットアームは専用のソフトウェアによって制御され、カメラ長と散乱角を指定して検出器を目的の位置に制御することが可能である。カメラ長は 0.1~1 m 以上（特定の角度では最大 1.5 m 程度）の範囲で自由に設定できる。散乱角として、カメラ長が 1 m の場合に、試料を原点とし、X 線の光軸を基準として水平方向に約±60°、垂直方向に約 60°の範囲をカバーできるように設計されている（図 6）。搭載する検出器は、PILATUS3 X 300K である。この他、ロボットアームには搭載できないが、PILATUS3 X 2M を専用架台に設置して、広い角度範囲の回折を測定することも可能である。

本装置は、主にユーザーが試料環境装置を持ち込んで実験を行うことを想定して設計されたものである。実験室で使用されている装置そのもの、あるいは比較的これに近い装置を搭載できる他、製造プロセスの再現装置などの大型の試料装置を用いた in-situ/operando 測定なども可能になると期待されている。

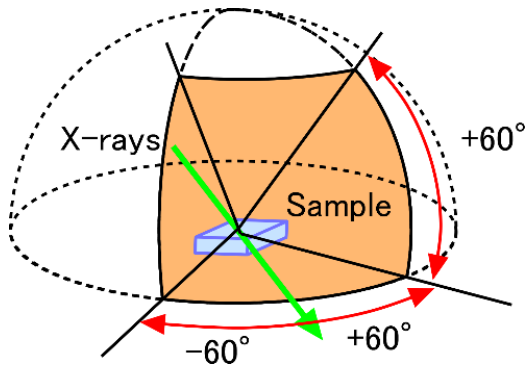


図6 カメラ長を1 mとした場合のロボットアームによる検出器位置の角度範囲。

### 4.3 BL13XU EH4

BL13XU 実験ハッチ 4 に設置されているナノビーム X 線回折装置は、放射光 X 線を  $1 \mu\text{m}$  以下に集光し、これを用いた X 線回折実験により、材料内部の局所的な格子歪やその分布を高い角度分解能で測定することのできる装置である。装置の概要を図7に示す<sup>[13]</sup>。光学ハッチ内の高精度スリットを仮想光源として使い、X 線を試料直前の集光素子で集光する。試料ステージには、偏芯の小さいゴニオメータと XYZ ステージを組み合わせたものが用いられている。XYZ ステージは、ステップモーターのパルス分割により  $50 \text{ nm}$  の分解能で制御できるとともに、それぞれが  $\pm 7 \text{ mm}$  と、大きなストロークを確保していることが特徴である。試料からの回折 X 線は、2 次元検出器で測定され、試料を回転することで得られる逆格子マップから、格子歪と格子面傾斜を分離して分析することができる。

集光素子としては、これまで主に  $7\sim 15 \text{ keV}$  の X 線においてフレネルゾーンプレート (FZP) が用いられてきた。特に位相ゾーンプレートと呼ばれるゾーンプレートを用いることで、 $200 \text{ nm}$  程度のビームサイズを高いフラックスで実現できる。一方で、近年では、透過型の配置での回折実験や、蛍光 X 線の同時測定に

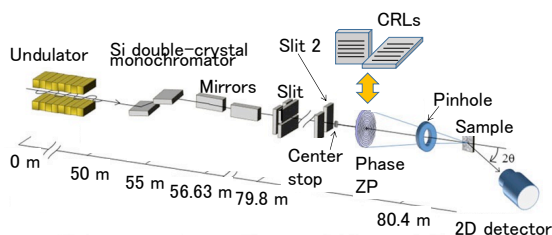


図7 ナノビーム X 線回折装置の概要。

よる元素分布と格子歪分布の比較測定など、 $15 \text{ keV}$  以上の X 線の利用を必要とする実験への要望が増えてきている。これに対し、FZP では  $15 \text{ keV}$  以上の高エネルギー X 線に対する集光効率が著しく低下するため、FZP に代わる集光素子の整備が求められていた。

そこで我々は、高エネルギー X 線集光を実現するために、Si 製屈折レンズを開発した。Si の加工においては、MEMS の微細加工に用いられる深掘り技術であるボッシュプロセスを応用することで、極めて精密なレンズ形状の実現が可能である。我々のレンズでは、 $100 \mu\text{m}$  以上の深さで垂直性を保った深掘りを実現することで、 $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  以上の大きな開口を実現し、これによって高フラックスの集光ビームの形成を実現している。1 つの基板上に形成されたレンズ列で 1 次元集光を行うため、これを縦横に組み合わせて点集光を実現する。また、 $25 \text{ keV}$  以下のエネルギーでは、レンズ自身による X 線の吸収によってフラックスが低減するため、 $2\pi$  の位相シフトを生じる部分を楕円形に除去してキノフォームを形成し、高フラックス化を図っている。

この屈折レンズによって、 $20\sim 35 \text{ keV}$  までの高エネルギー X 線のサブミクロン集光が可能になった。一例として、 $30 \text{ keV}$  において、ビームサイズとして横  $380 \text{ nm}$ 、縦  $290 \text{ nm}$ 、フラックス  $1.7 \times 10^9 \text{ photon/sec}$  のナノビームの形成に成功している。同様に、 $20\sim 35 \text{ keV}$  の X 線において、 $600 \text{ nm}$  以下のビームサイズが得られている。我々は、ナノビーム X 線回折装置を改良し、容易に FZP と屈折レンズを入れ替える機構を整備することで、X 線エネルギーに応じて集光素子を切替可能なシステムを実現している (図8)<sup>[14]</sup>。

ナノビーム X 線回折の利用例として、これまではデバイス材料、機能性エピタキシャル薄膜などの分析が

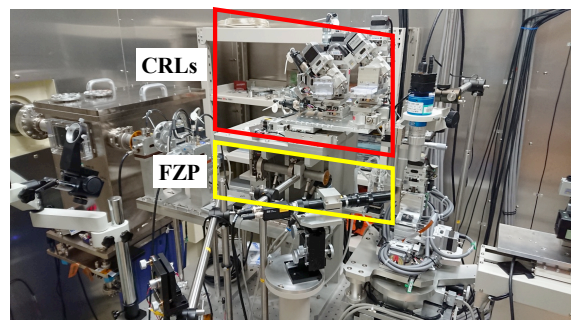


図8 光学素子切り替えシステム。

主であったが、近年では金属材料、高分子材料や構造材料などの分析へのニーズも高まっている。ナノビーム X 線の高エネルギー化は、こうした測定対象の広がりにも対応して X 線エネルギーを選択する自由度を向上させるものであり、これにより一層の利用拡大が期待される。

## 5. BL28B2

BL28B2 の第 2 ハッチには HUBER 社の回折計が設置されており回折実験が実施できる。BL28B2 の特徴は偏向電磁石から生じた広いエネルギー範囲を持つ白色 X 線を実験に用いることができることである。また、この広いエネルギー範囲には高エネルギー成分も含まれており、厚い試料、例えば数 mm の厚さの鉄鋼材料であっても透過して回折実験を行うことができることも特徴の 1 つである。本 BL における主な回折実験手法は、エネルギー分散型回折法、白色 X 線トポグラフィおよびラウエパターンマッピングである。

エネルギー分散型回折法は試料内部の X 線照射領域内において結晶粒の数が数千個以上存在する場合と数個以下存在する場合について本 BL で対応可能である。前者は一般的なエネルギー分散型の回折法であり、X 線照射領域内の複数の結晶粒から生じた回折信号を、エネルギー分別機能を有する半導体検出器で測定するものである。得られる情報は複数の結晶粒の平均情報となる。ひずみの評価や鉱物種の同定などに用いられる。X 線 CT と組み合わせると、CT 像中の関心領域について回折測定を行う実験環境も整備している<sup>[15]</sup>。

一方で後者は我々が開発し EXDM (Energy dispersive X-ray Diffraction Microscopy) と称した手法である<sup>[16]</sup>。個々の結晶粒から生じた回折スポットを個別に半導体検出器で測定する。得られる情報が個々の結晶粒毎もしくは結晶粒内部の回折情報であることが前述の複数の結晶粒の平均情報とは異なる点であり、特徴である。

白色 X 線トポグラフィは半導体材料などの完全性の高い単結晶内部の格子の乱れを画像として評価する実験手法である。試料単結晶に白色 X 線を照射し、発生した回折スポットを X 線イメージング用の高分解能画像検出器で観察することで格子の乱れの実空

間分布が評価できる。高エネルギーの X 線の特徴を活かして数 mm～数 cm の大きな単結晶試料の 3 次元的な X 線トポグラフィ像を取得することが可能である<sup>[17]</sup>。

ラウエパターンマッピングは試料を走査しながら各 X 線照射位置のラウエパターンを視野の広い 2 次元検出器で測定する実験手法である。測定データを解析して、1 つの回折スポットに着目しその強度分布を表示させれば結晶粒の形状を示すことが可能である。またラウエパターンの変化率をマッピングすれば走査領域内の結晶粒界を画像化することができる<sup>[18]</sup>。

次に BL28B2 の回折実験における実験装置を紹介する。上記実験に使用する主な実験装置は回折計、半導体検出器、高分解能画像検出器および広視野画像検出器である。回折計には垂直軸回りの  $\theta$ - $2\theta$  ステージおよびこの  $2\theta$  ステージ上に水平軸回りの  $\theta$ - $2\theta$  ステージが備えられている。垂直軸回りの  $\theta$  ステージ上には 3 軸の併進ステージと 2 軸の水平軸回りのスイベルステージが試料ステージとして備えられている。水平軸回りの  $2\theta$  ステージ上には検出器が取り付けられる。試料の状態が変わっても白色 X 線を使うことで回折信号が確実に得られるため、本回折計は試料環境を変化させる装置 (加熱炉や引張試験機など) を設置できるように設計されている。試料回りの空間が広く (直径 400 mm の円筒状の炉が設置可能)、試料ステージの耐荷重が高い (100 kg)。図 9 は標準的なエネルギー分散型回折実験の装置写真である。

半導体検出器は単結晶ゲルマニウムを素子としたものである (ORTEC 社製 GLP-16195/10-P)。高分解能の画像検出器は X 線像を蛍光体を使って可視光像に変換するタイプのものであり、数  $\mu\text{m}$  の空間分解能を有

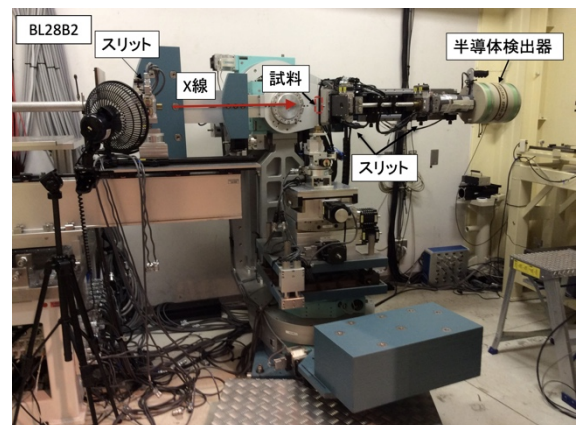


図 9 エネルギー分散型回折実験のレイアウト例。

している（浜松ホトニクス社製 ORCA-Flash2.8 および M11427-42）。広視野の画像検出器は 120 mm × 120 mm の視野を有している（浜松ホトニクス社製 C10900D）。これらの機器の制御は PC 上で GUI を介して行うため容易に操作方法を習得できる。一方でテキスト形式のマクロにも対応しておりマクロの作成を容易に行うことが可能である。

## 6. BL40XU

BL40XU の EH2 はヘリカルアンジュレータ光源が利用できる BL であり、高輝度 X 線を用いた単結晶 X 線構造解析実験を行うことができる。利用可能なエネルギーは 8~17 keV であり、Si 単結晶を用いたチャンネルカットにより単色化したビームをゾンプレートで集光した 250 nm~4  $\mu\text{m}$  程度の集光ビームと、垂直・水平 2 枚ミラーで集光した 150 × 150  $\mu\text{m}^2$  のビームの両ビームを試料のサイズや測定条件に応じて切り替えることが可能である。回折計には 2 次元検出器 (EIGER X 1M、DECTRIS 社)<sup>[4]</sup>が 2 $\theta$  軸に配置されている。主に新規化合物の微小結晶の X 線構造解析実験が行われている<sup>[19, 20]</sup>。また微小結晶の X 線構造解析の高度化に向けた技術開発も行っており、以下にその例を紹介する。

微小単結晶の X 線構造解析のための精密高速回転ステージの開発: ミクロンサイズの微細単結晶の X 線回折像を測定するためのエアベアリング (静圧空気軸受) を用いた低偏心の  $\omega$  軸回転ステージの開発を行っている (図 10)。レーザー変位計測定により回転速度 10°/s において  $\pm 0.5 \mu\text{m}$  以下の偏心で回転すること

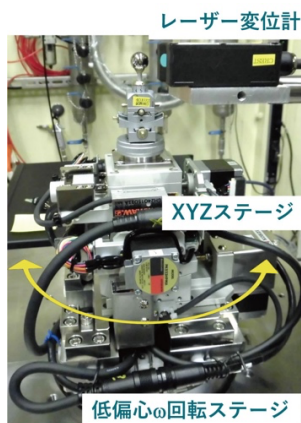


図 10 エアベアリングを用いた低偏心回転ステージの写真。

を確認した。現在、新規微小単結晶回折計の導入に向けた準備を行っている。

単一ナノ粒子に対する X 線回折法の開発: 光トラップを利用した非接触式試料保持法とゾンプレートを利用した X 線マイクロビームと組み合わせることにより、単一ナノ粒子に対する X 線回折法を開発している。ナノ粒子では、結晶構造などの物性が粒径 (結晶子サイズ) や外形や外界との接触に依存する場合のあることが報告されている。集光したレーザー光が誘電体粒子に及ぼす勾配力を利用して、ナノ粒子 1 粒を空气中で非接触に保持し X 線を照射することにより、誘電体ナノ粒子 1 粒の X 線回折像の測定に成功している<sup>[21, 22]</sup>。この手法により、ナノ粒子に対する結晶子サイズと結晶構造などの物性の 1 : 1 の関係の解明が期待できる。一方、安定に光トラップできない物質も多い、試料体積が小さいために X 線回折測定に時間がかかる等の、解決すべき問題も多い。現在は、光トラップによる金属ナノ粒子 1 粒の試料保持法を開発しており、金属ナノ粒子 1 粒に対する X 線回折測定の実現を試みている。

## 参考文献

- [1] 大石泰生他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **24** (2019) 355-359.
- [2] 木村滋: SPring-8/SACLA 利用者情報 **24** (2019) 471-474.
- [3] 肥後祐司他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **27** (2022) 425-429.
- [4] 今井康彦他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **23** (2018) 110-120.
- [5] 中村唯我他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **27** (2022) 345-348.
- [6] N. Hiraoka *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **8** (2001) 26-32.
- [7] N. Sakai *et al.*: *J. Appl. Cryst.* **29** (1996) 81-99.
- [8] K. Suzuki *et al.*: *J. Appl. Phys.* **119** (2016) 025103.
- [9] N. Tsuji *et al.*: *Appl. Sci.* **11** (2021) 3851.
- [10] 坂田修身他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **26** (2021) 261-264.
- [11] 小金澤智之他: SPring-8/SACLA 利用者情報 **27** (2022) 69-74.

- [12] 隅谷和嗣他: SPRING-8/SACLA 利用者情報 **27** (2022) 274-279.
- [13] Y. Imai *et al.*: *AIP conf. Proc.* **2054** (2019) 050004.
- [14] K. Sumitani *et al.*: *Journal of Instrum.* **13** (2018) C09002.
- [15] T. Sugiyama *et al.*: *4th International Conference on the Durability of Concrete Structures* (2014) 298-303.
- [16] K. Kajiwara *et al.*: *ISIJ International* **53** (2013) 165-169.
- [17] T. Mukaide *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **13** (2006) 484-488.
- [18] K. Kajiwara *et al.*: *Phys. Status Solidi A* **206** (2009) 1838-1841.
- [19] A. Fujimoto *et al.*: *Chem. Sci.* **11** (2020) 12307-12315.
- [20] I. Nagai *et al.*: *Jpn. J. Appl. Phys.* **60** (2021) 025502.
- [21] Y. Fukuyama *et al.*: *J. Phys. Soc. Jpn.* **82** (2013) 114608.
- [22] Y. Fukuyama *et al.*: *J. Synchrotron. Rad.* **27** (2020) 67-74.

今井 康彦 IMAI Yasuhiko

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3478  
e-mail : imai@spring8.or.jp

中村 唯我 NAKAMURA Yuiga

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3397  
e-mail : ynakamura@spring8.or.jp

辻 成希 TSUJI Naruki

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3433  
e-mail : ntsuji@spring8.or.jp

小金澤 智之 KOGANEZAWA Tomoyuki

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター  
産業利用・産学連携推進室、回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3377  
e-mail : koganezawa@spring8.or.jp

隅谷 和嗣 SUMITANI Kazushi

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3495  
e-mail : sumitani@spring8.or.jp

梶原 堅太郎 KAJIWARA Kentaro

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター  
産業利用・産学連携推進室、回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3945  
e-mail : kajiwara@spring8.or.jp

一柳 光平 ICHIYANAGI Kouhei

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3494  
e-mail : kichiyanagi@spring8.or.jp

福山 祥光 FUKUYAMA Yoshimitsu

(公財) 高輝度光科学研究センター  
放射光利用研究基盤センター 回折・散乱推進室  
〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
TEL : 0791-58-0802 ext. 3771  
e-mail : yfukuya@spring8.or.jp



## SACLA Users' Meeting 2023

The annual SACLA Users' Meeting provides unique opportunities for our user community to learn about SACLA's new capabilities, promote networking among the community, and discuss future research. This meeting also allows the SACLA team to receive constructive feedback from the users on the direction for upgrades to the facility.

SACLA has regularly expanded its research capabilities and opportunities for users after launching user operations in March 2012. Remarkable achievements in a decade are outcomes of the close collaboration between the facility and the user community. Your input during the meeting is essential for supporting continuous progress in scientific research at SACLA.

**Scope:**

- Facility updates and future capabilities
- New instrument and experimental capability developments
- Featured researches
- Future directions of science at SACLA

**Date:**

March 2 and 3, 2023

**Style:**

Virtual

**Meeting Webpage:**

<http://xfel.riken.jp/usersmeeting2023/>

**Contact:**

SACLA Users Community Office

e-mail: [saclauc@spring8.or.jp](mailto:saclauc@spring8.or.jp)

## SPRUC 第 5 回 BLs アップグレード検討ワークショップ 開催のご案内

### 【趣旨抜粋】

将来にわたって放射光による顕著な成果を生み出し、科学技術として社会に還元していくためには、SPring-8 ビームラインでのサイエンスや産業利用の方向性、必要とされる光源性能や計測手法の高度化について、ユーザーと施設との間での緊密な議論が欠かせません。このような議論の場を提供するため、SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC) では、2018 年度から SPring-8 シンポジウムに加え、BLs アップグレード検討ワークショップ (WS) を開催しています。過去 4 回の WS を通じて、SPring-8-II を見据えた共用・理研・専用ビームライン全体の再編計画に関する議論が成熟してきました。また、現在のビームラインのアップグレードが完了し、後続ビームラインのアップグレードも進行中です。

今回、下記の要領で、第 5 回目となる BLs アップグレード検討ワークショップを開催します。SPRUC 会員全体を対象とし、BL アップグレードの進捗、データセンター構想などの最新情報を施設側と共有します。また、先行してアップグレードを完了したいくつかのビームラインについては、関連する SPRUC 研究会がユーザーの立場からフィードバックを提示します。施設との密接な意見交換を通じて、SPring-8-II へと繋がる今後の BL アップグレードをさらに効果的なものとするを目的とします。多数のご参加と将来に向けた自由闊達な議論を期待します。

【主 催】 SPring-8 ユーザー協同体  
(公財) 高輝度光科学研究センター  
理化学研究所 放射光科学研究センター

【開 催 日】 2023 年 3 月 10 日 (金)

【会 場】 SPring-8 普及棟大講堂・中講堂、およびオンライン (ハイブリッド形式)

【参 加 費】 無料

【詳細情報】 <http://www.spring8.or.jp/ja/science/meetings/2023/230310/>  
プログラム等随時更新します。

【問い合わせ先】 SPring-8 ユーザー協同体事務局  
e-mail : [users@spring8.or.jp](mailto:users@spring8.or.jp)

## SPring-8/SACLA 利用者情報 編集委員会

委員長	木村 滋	利用推進部
委員	池端 宏之	利用推進部
	大和田成起	XFEL 利用研究推進室
	小川 浩平	企画室
	重松 秀樹	構造生物学推進室
	田村 和宏	加速器部門
	辻 成希	回折・散乱推進室
	辻本 繁樹	利用推進部
	南後恵理子	SPring-8 ユーザー協同体 (SPRUC) 編集幹事 (東北大学)
	平岡 裕治	情報技術推進室
	福井 宏之	精密分光推進室
	本間 徹生	産業利用・産学連携推進室
	森脇 太郎	分光推進室
	安武 正展	散乱・イメージング推進室
	山崎 裕史	ビームライン技術推進室
	(以上、敬称略五十音順)	
事務局	富松 亮介	利用推進部
	坂尻佐和子	利用推進部
	青木 智子	利用推進部

## SPring-8/SACLA 利用者情報

Vol.28 No.1 Winter 2023

### SPring-8/SACLA Information

発行日 2023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)



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/>