

特徴

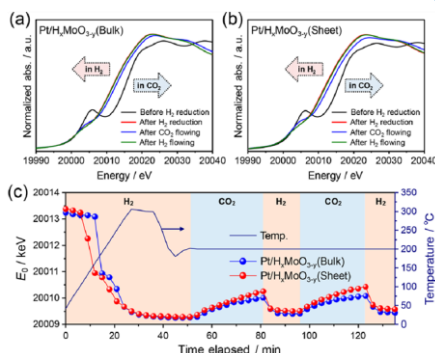
X線吸収微細構造（XAFS）法は、物質の電子状態や原子レベルの局所構造を調べる手法で、結晶・非晶質を問わず様々な形態の物質に適用できます。**元素選択性があるため多くの元素が協働する材料系の解析に有効**です。**反応条件でのリアルタイムその場計測**にも威力を発揮します。SPring-8では**多数の試料を連続して自動的に計測を行うシステム**やXAFS測定用ペレット作製ロボットを活用した、計測の自動化・省力化を進めています。また、触媒化学のオペランド実験で利用される反応ガスや加熱セルを安全・簡便に取り扱えるよう、実験環境を整備しています。

ギャラリー

反応ガス供給装置と触媒のIn-situ状態解析

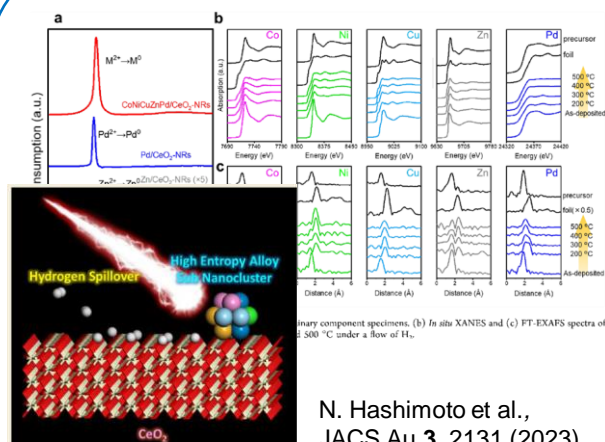


BL01B1



Y. Kuwahara et al., J. Phys. Chem. C 127, 4942 (2023).

元素選択性を活用した ハイエントロピー合金ナノ粒子の構造解析



N. Hashimoto et al., JACS Au 3, 2131 (2023).

XAFS測定用ペレット作製ロボット



BL14B2

SPring-8-IIIに向けて

光源の性能向上に合わせたビームライン光学系の高度化により、**試料位置での光子密度を現在の10倍以上に向上**させます。検出系では、**高計数率対応蛍光検出器及びデジタルシグナルプロセッサの導入により、従来に比べて大幅に短い時間で低濃度試料のXAFS測定を実現**させます。計測時間が短くなり膨大なデータが創出されるため、データ科学と連携した解析が進められるように準備を進めています。

X線発光分光・高エネルギー分解能XAFS

BL39XU, BL36XU, BL12XU

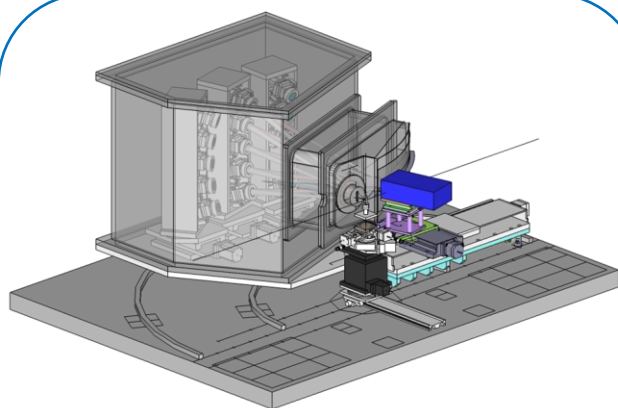
関連キーワード：高感度化学状態分析、微量元素分析、X線ラマン散乱

特徴

SPring-8の**高輝度X線**は、X線吸収過程で発生する蛍光X線の**高エネルギー分解能**観測(X線発光分光; XES)を実用レベルで可能とし、それを巧みに利用して高エネルギー分解能XAFS(HERFD-XAFS)スペクトルが得られるようになりました。HERFD-XAFSでは、**従来型XAFSの限界を超えたスペクトル微細構造や微量元素の観測が可能**であり、**特定の元素の化学状態(局所構造・結合状態・価数など)の微小変化を明瞭に捉えることができるため、物性物理から触媒化学、地球環境科学などの幅広い分野で活用されています。**

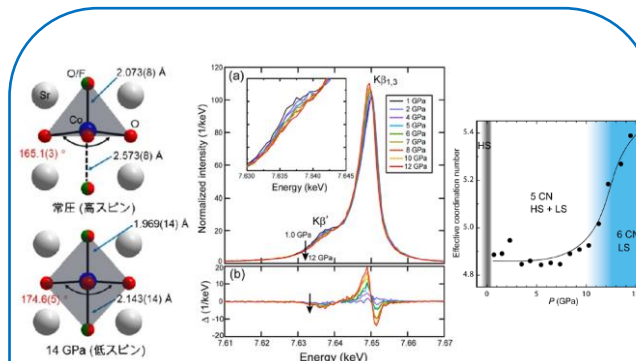
事例

高感度型X線発光分光器



- ✓ 最大15結晶搭載可能
- ✓ アナライザ結晶を真空チェンバー内に設置

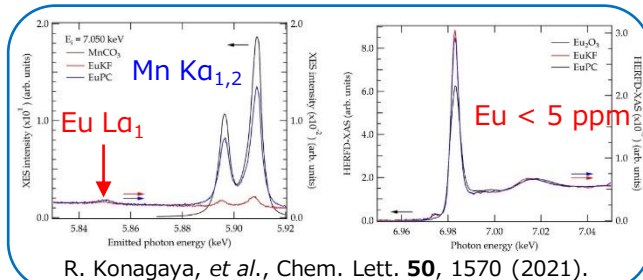
XESによる高圧力下でのスピン転移の観測



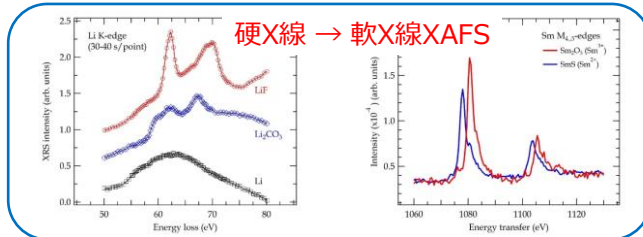
高圧力下でのCo 3d状態の観測
→ 圧力誘起スピncrossオーバーの検証に成功

Tsujimoto, et al., Sci. Rep. **6**, 36253 (2016).

HERFD-XAFSによる希薄Euの価数状態分析



R. Konagaya, et al., Chem. Lett. **50**, 1570 (2021).



X線ラマン散乱

SPring-8-IIに向けて

輝度100倍の次世代超高輝度放射光を活かすことで、**高エネルギー分解能**でかつ**高感度なスペクトル取得技術の革新**を進めます。また、本手法の超高感度測定による**超微量元素の化学状態分析**の実現は、これまで観測不可能であった元素の電子状態解析を可能とし、レアメタル資源の発掘や地球・惑星環境科学への多大な貢献へ寄与します。また、超高感度測定による**超ハイスルーポット測定**を実現し、マテリアルズ・インフォマティクスなどを利用した次世代機能性材料の開発に向けたデータベース構築を進め、日本が誇る産業利用の技術革新に寄与します。

XAFS-CT、XAFSイメージング

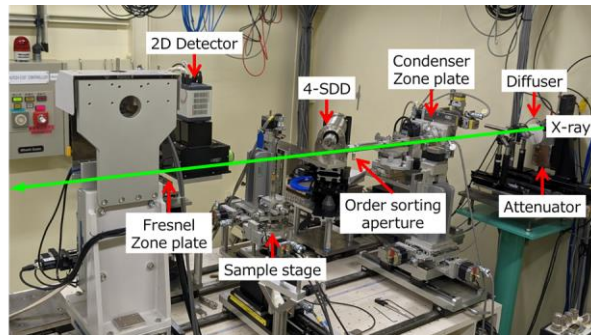
BL36XU, BL37XU, BL39XU, BL29XU

関連キーワード：オペランド、化学状態可視化、投影型、結像型、高速走査型

特徴

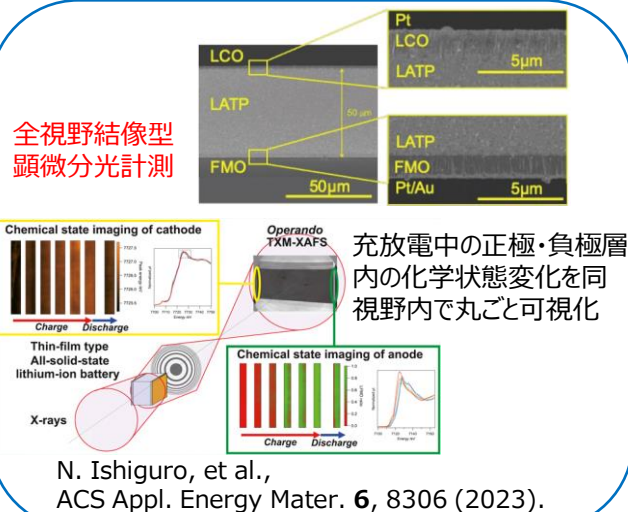
X線イメージングとXAFSや蛍光X線分析を組み合わせることで、**元素分布やその化学状態(局所構造・結合状態・価数など)の2D/3D分布を可視化**し、その相関を調べることが可能となるため、**燃料電池触媒や環境科学**などの分野で利用されています。エネルギー軸を掃引する必要があるため、計測時間短縮のために**投影型・結像型**といった透過法での利用が多いですが、最近では高感度・高計数率蛍光検出器の導入と併せて**on-the-fly**スキャンという手法での**高速走査型**の利用や拡大・縮小率可変な光学系も開発されており、微量元素の観測やマルチスケールイメージングの実用化が進んでいます。

事例 全視野型顕微分光計測装置

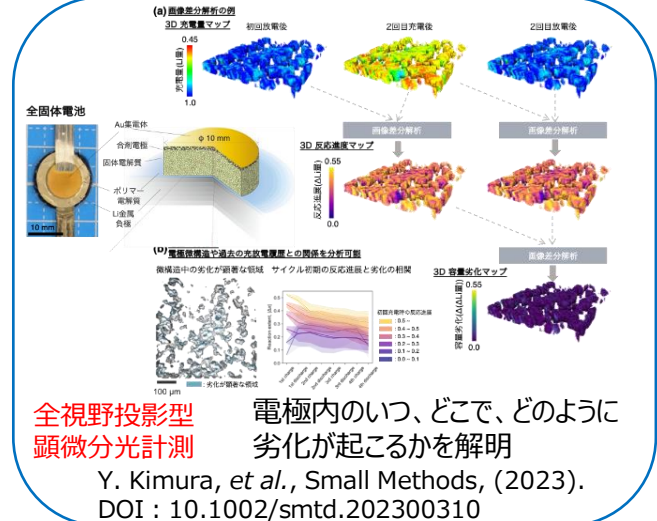


- ✓ 高速でかつ広視野の投影型CTが可能
- ✓ 高分解能結像型CT: 検出器の設置@実験ハッチ3 → 高倍率・高効率計測を実現

薄膜型全固体電池の電極反応の可視化



蓄電池電極劣化の経時的進行の3次元可視化



SPRING-8-IIに向けて

SPRING-8-IIで実現する高コヒーレンス光や高輝度ナノビームを最大限に活かしたXAFSイメージング手法の**高空間分解能・高スループット測定**と**マルチスケール観察**を実用化するための技術革新を進めます。これにより**元素や化学状態の空間分布や時系列変化計測の高効率化**を実現し、化学反応メカニズムの解明に寄与することで、触媒等の高機能性材料開発を加速します。また、**データ駆動科学**との連携によって、2D/3D空間モルフォロジーとそのキネティクスの解明を促進し、基礎研究から産業利用に亘る多方面での活用を目指します。

蛍光X線イメージング・XMCDイメージング

BL37XU, BL29XU, BL39XU

関連キーワード: 化学状態・微細組織可視化、元素分布

特徴

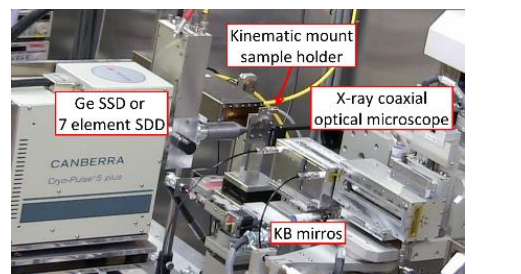
SPring-8では、微小なサイズに集光されたX線を試料上で走査し、発生する蛍光X線を分析する**蛍光X線イメージング計測法**が利用できます。広いエネルギー帯のX線を利用することで幅広い元素をターゲットとすることができ、物質中の**元素分布**や**化学状態**を**100nm程度の分解能**でイメージングすることができます。また、色収差の無いミラー光学系を利用した結像型の蛍光X線顕微鏡も開発されています。さらに、**円偏光X線を利用したX線磁気円二色性(XMCD)イメージング計測**が利用でき、走査型顕微分光やCTによる2D/3D磁区構造観察などが可能となっています。

事例 蛍光X線イメージング装置

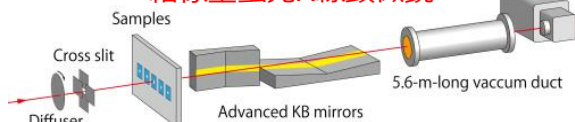
ヒト腫瘍組織内の抗がん剤分布の可視化・定量化

XMCD-CTによるスルミオンひもの3D形状の可視化

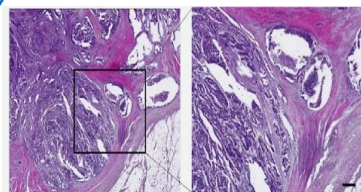
走査型蛍光X線イメージング装置



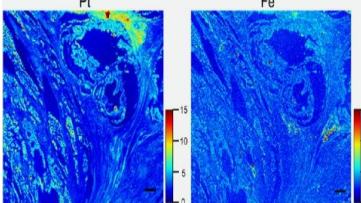
結像型蛍光X線顕微鏡



S. Matsuyama *et al.*, Opt. Express **27**, 18318 (2019).

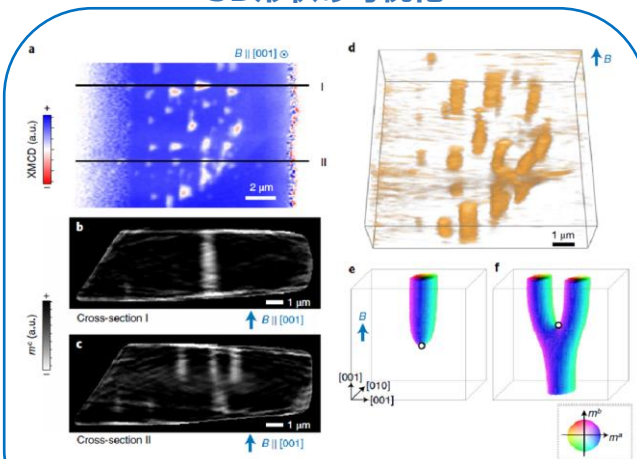


直腸癌の代表的な病理組織像



走査型XRF像
左：プラチナ(Pt)
右：鉄(Fe)

R. Koba *et al.*, Int. J. Cancer. **146**, 2498 (2020).



XMCD-CTによる3D形状観察

S. Seki *et al.*, Nat. Mater. **21**, 181 (2022).

SPring-8-IIに向けて

極低エミッタンス光源による**100倍の高輝度ナノビーム**を最大限に活かし、集光・結像光学系と検出器の技術革新を進めることによって、イメージング計測の**高スループット化**を実現します。これによって、物質・材料の微細組織の相関解析が可能となり、電池材料、触媒、磁性材料、および生命科学試料などの**operando/in-situ計測**への展開が期待できます。また、データベースとスーパーコンピュータを活用した**マテリアルズ・インフォマティクス**との連携によって、新規高機能性材料の開発が加速し、高度産業社会の抱える環境問題などへの貢献が見込まれます。

特徴

XAFSは**元素選択的に化学状態や局所構造の解析が可能**な手法ですが、一般的には入射X線のエネルギーを走査する必要があり、測定に比較的長い時間を要します。SPring-8ではコンパクト分光器の利用による**ミリ秒オーダーのQXAFS**が可能で、**燃料電池の触媒反応の追跡**などに利用されています。また、X線回折(XRD)や投影型イメージングとの同時複合計測により、結晶構造との相関や**2D/3D化学状態分布の時間的変化**を追跡することが可能で、触媒化学だけでなく、学術から産業利用まで幅広い分野での活用が期待されています。

事例

QXAFS計測装置

Galvano scan
Si 111/220 channel-cut
monochromator

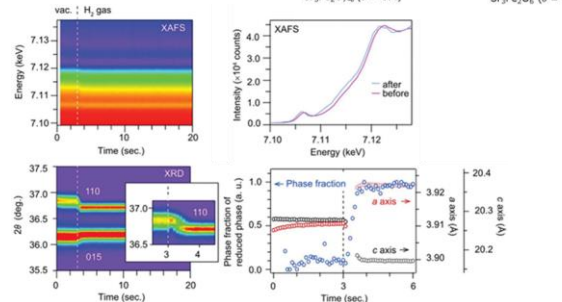
- ✓ 高速XAFS計測 (最短 20 ms)
- ✓ XRD、投影型イメージングの同時計測

Reference sample
for energy calibration

QXAFS計測による酸素脱離反応過程の観測

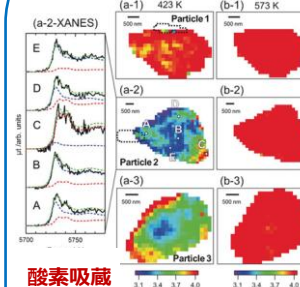
酸素貯蔵材料 $\text{Sr}_3\text{Fe}_2\text{O}_{7-\delta}$ の酸素脱離反応

- ✓ XAFS/XRD同時計測実現
- 結晶構造と化学状態の相関



T. Yamamoto, et al.,
Advanced Science **10**, 2301876 (2023).

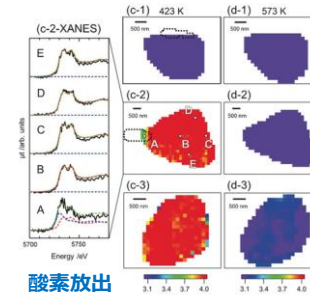
触媒粒子の酸素吸蔵・放出反応の空間分布



酸素吸蔵

H. Matsui, et al.,
Angew. Chem. Int. Ed., **55**,
12022 (2016).

Pt/Ce₂Zr₂O_x 触媒粒子
✓ QXAFS+投影型イメージングの実現
→ Ce 価数の空間分布の観測



酸素放出

SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIでの**輝度100倍**を活かし、QXAFS計測における**100倍以上の高速化(マイクロ秒オーダー)**と**スペクトル計測の高精度化**を実現するための技術革新を進めます。この時間スケール拡張によって、化学反応や局所構造の時間変化の追跡と莫大な多次元データの取得へ寄与し、反応機構データベース構築の実現で新物質・新材料開発を加速します。また、**ベイズ統計理論**や**AI技術**などのデータ科学と連携し、得られた多次元ビッグデータを最大限に活用することで、反応メカニズムの解明に必要な多彩な情報の抽出を進めています。

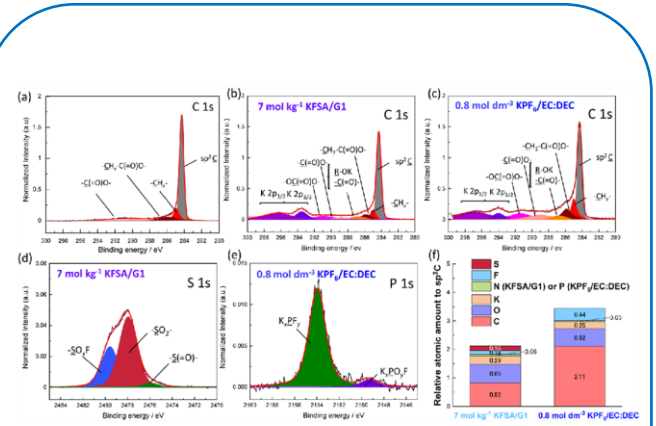
汎用HAXPES、自動HAXPES

特徴

硬X線光電子分光(HAXPES)は、**試料表面からバルク(検出深さ 数十nm程度)に至る領域の電子状態を非破壊で分析**することが可能な手法です。これにより様々な物質・材料の**バルク**や**埋もれた界面**における**化学結合状態**や**電子状態**を正確に調べることが可能です。また、吸収端を利用した共鳴励起による**元素・軌道**を選択した**電子状態解析**(共鳴HAXPES)や、**集光X線ビームと角度分解測定**を利用した**3次元空間分解解析**も実施可能です。

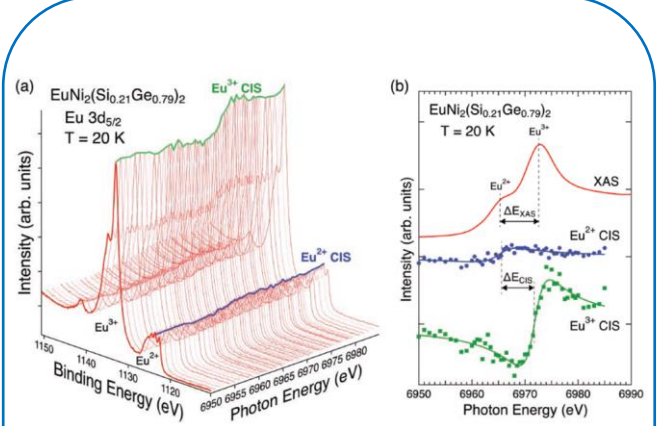
ギャラリー

次世代蓄電池の電極表面形成種の解析



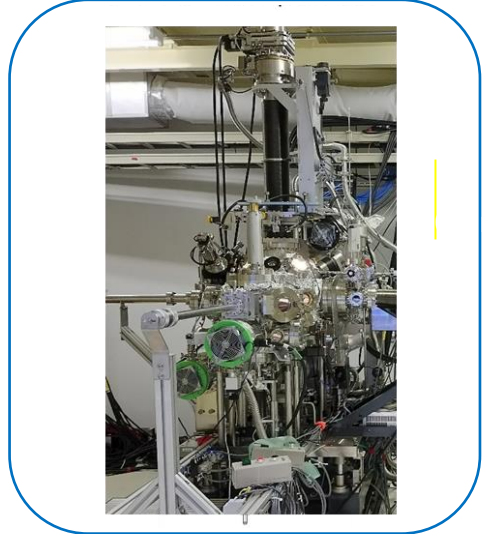
T. Hosaka et al., J. Mater. Chem. A, **8**, 23766 (2020).

共鳴HAXPES計測による
重い電子系の価数揺らぎ現象の解明



E. Ikenaga et al., Synchrotron Radiat. News **31**, 10 (2018).

ハイスループットHAXPES装置
(試料チャンバ部)



SPring-8-IIIに向けて

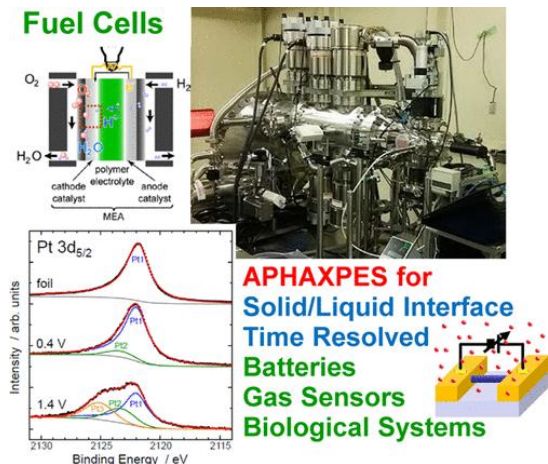
輝度の向上した光源の性能を最大限活用すべく**集光光学系をアップグレード**することにより、**高い空間分解能で実材料の電子状態マッピング**が可能となるように開発を進めます。**連続測定**や**三次元空間分解**、**エネルギースキャン**などによる**多次元のスペクトルデータ**を効率よく解析するために、**リモート環境**でデータを取得しリアルタイムで高度な解析が実現できる環境の開発・整備を進めています。

特徴

通常の硬X線光電子分光（HAXPES）では、試料からの光電子をアナライザーへ導くために、試料は真空中に保持されます。SPring-8では、**大気圧や特定の雰囲気下での試料の電子状態を解析するための雰囲気制御HAXPES装置を開発・整備しました。**これにより、**反応条件下でのオペランド実験や吸着種の電子状態解析**などが可能になりました。

ギャラリー

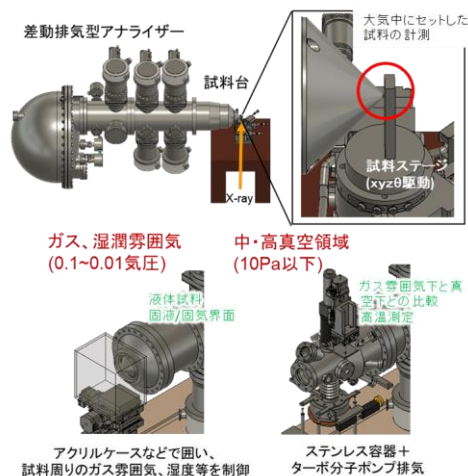
大気圧HAXPESによる 燃料電池Pt触媒の反応機構解明



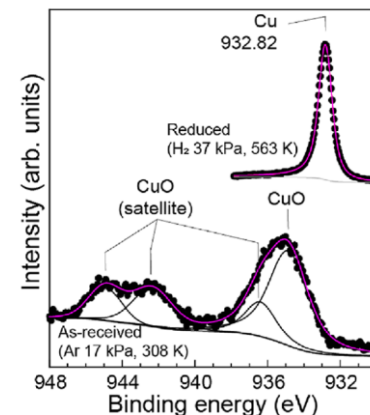
Y. Takagi et al., Acc. Chem. Res., **51**, 719 (2018).

雰囲気制御HAXPES装置の セットアップ例

チェンバーレスのHAXPESの実現(大気圧下測定)



反応ガス雰囲気下における 触媒の評価



T. Koitaya et al., J. Phys. Chem. C, **127**, 13044 (2023).

SPring-8-IIIに向けて

高い透過率を持つ硬X線が威力を発揮する「**その場 (in-situ)**」「**デバイス動作条件下 (operando)**」で**高精度HAXPES実験**が可能になるように実験装置の整備を進めています。SPring-8-IIの高輝度ビームを用いることで、従来は困難であったガス雰囲気下やデバイス系試料でも精度の高いHAXPESスペクトルが取得できるように開発を進めています。

特徴

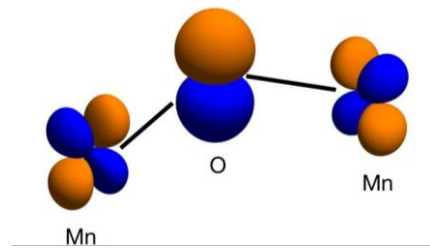
物質の性質は電子軌道やフェルミ面によって決まります。例えば、リチウムイオン電池材料の酸化還元特性は電子を授受する電子軌道によって決まり、超伝導転移や電気伝導、合金規則化などはフェルミ面形状によって決まります。高分解能コンプトン散乱は、運動量空間における電子密度分布を計測することにより、電子軌道やフェルミ面を可視化したり、関連する物理量を導きだしたりすることができます。

高分解能コンプトン散乱の特長として、(1) 表面の影響を受けずにバルク状態を計測する、(2) 電磁場下や温度可変の計測が可能、(3) 雰囲気下や溶液中でのその場計測が可能、などがあります。

ギャラリー

(1) リチウムイオン電池材料

大容量正極材: $\text{Li}_x\text{Ti}_{0.4}\text{Mn}_{0.4}\text{O}_2$ の
アニオン電荷補償機構 (O^{2-}/O^-) の検証

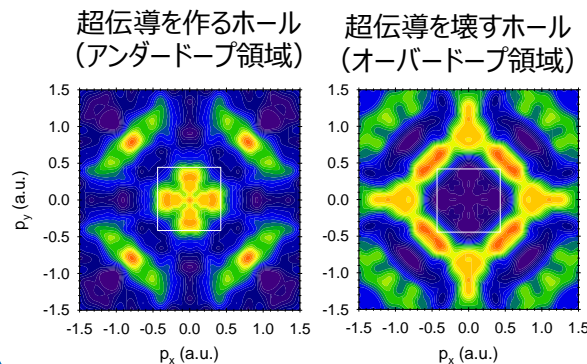


π 型 $\text{Mn } t_{2g} - \text{O } 2p$ 酸化還元軌道

Nature **594**, 213(2021)

(2) 銅酸化物高温超伝導体

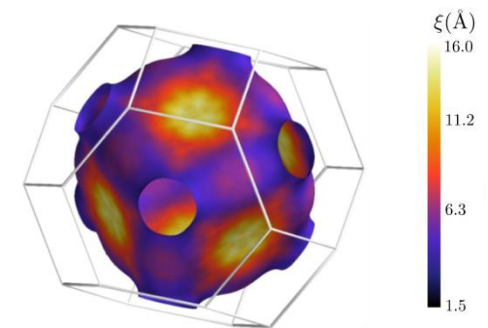
高温超伝導体: $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_4\text{O}_4$ の
ホール状態の可視化



Science **332**, 698 (2011)

(3) 不規則合金 (Cantor-Wu合金)

不規則合金: NiFeCoCr の
フェルミ面と電子コヒーレント長: ξ (Å)



Phys. Rev. Lett. **124**, 046402 (2020)

SPring-8-IIに向けて

高分解能コンプトン散乱は表面状態の影響を受けずにバルクの電子状態を測定することができます。SPring-8-IIにおいては、本手法の特徴を活かして、リチウムイオン電池の大容量化機構などの原理的な理解を促進することで、カーボンニュートラル等で求められる材料開発に貢献します。

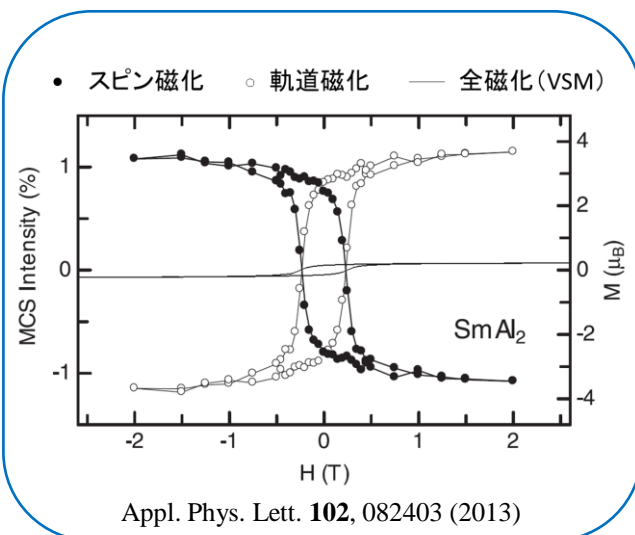
特徴

電気自動車産業などの幅広い産業分野において、磁性材料は重要な部品・部材として用いられています。材料の磁性は量子現象を起源としていますが、現在用いられている磁気特性評価は全磁化を計測する手法に限られており、一歩踏み込んで量子論で扱われるパラメータと紐づいた物理量を評価することは難しいとされています。

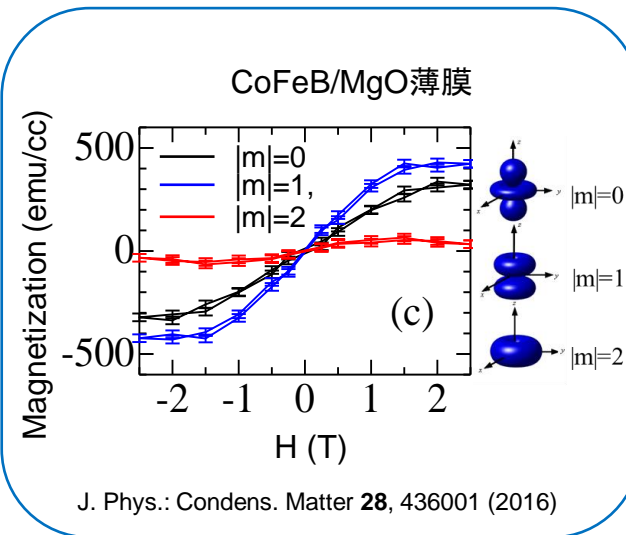
磁気コンプトン散乱はスピン状態別電子波動関数に直結した物理量を計測をするという特徴を活かして、(1) 全磁化をスピン成分と軌道成分に分離した磁化計測、(2) 磁気量子数別に分離した磁化計測、(3) アップスピンとダウンスピン別の電子状態の評価、など従来の磁気測定では不可能な情報を得ることができます。

ギャラリー

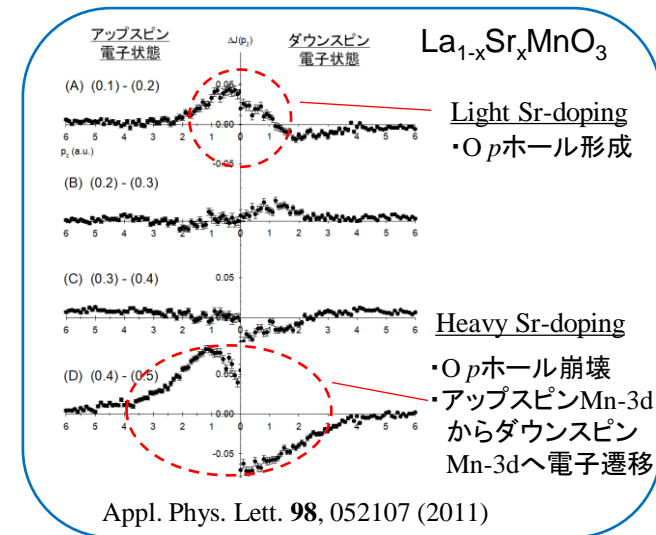
(1) スピン/軌道成分分離磁化測定



(2) 磁気量子数(m)別分離磁化測定



(3) アップスピン/ダウンスピン別電子状態



SPring-8-IIに向けて

磁気コンプトン散乱では物質透過能に優れる高エネルギーX線を用いるため、表面状態の影響を受けずに磁性材料のバルク特性を評価することができます。SPring-8-IIにおいては、高強度・円偏光X線を用いることにより、磁性材料/デバイス内部や界面の磁気特性を高速でマッピングできるようになります。

特徴

放射光による核共鳴振動分光は特定の同位元素に対してのみ感度を持ち、その振動状態に関する情報を与える測定手法です。酵素においては膨大なバックグラウンドから活性中心の金属の振動のみを抽出することができ、特に鉄を活性中心に含む酵素に対して多くの成果が得られています。水溶液中でも測定でき、ラマン分光と比較して損傷が少ないため、中間状態も調べることができます。洗練されたシミュレーションと組み合わせることにより、振動状態から活性中心の電子構造や幾何学構造に関する有益な情報を得ることができます。

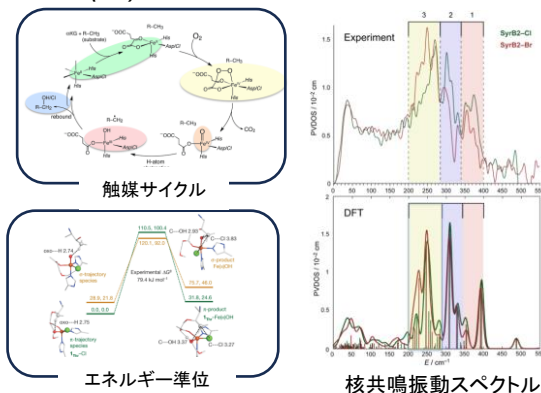
事例

年平均3報の高インパクト論文 (I.F.>12)

- [1] Nature Chem. Biol. (2023)
<https://doi.org/10.1038/s41589-022-01226-w>
- [2] Inorg. Chem. 62 (2023)
- [3] Faraday Discuss. 243 (2023).
- [4] Biophys. J., 121 (2022) 346a.
- [5] Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A., 118 (2021).
- [6] J. Am. Chem. Soc., 143 (2021).
- [7] Angew. Chemie Int. Ed., 60 (2021).
- [8] J. Am. Chem. Soc., 143 (2021).
- [9] Inorg. Chem., 60 (2021).
- [10] Chem. Sci., 12 (2021).
- [11] Biochemistry, 60 (2021).
- [12] Angew. Chemie Int. Ed., 59 (2020).
- [13] ACS Catal., 10 (2020).
- [14] J. Am. Chem. Soc., 142 (2020).
- [15] J. Am. Chem. Soc., 142 (2020).
- [16] Chem. Sci., 11 (2020).

酵素の活性中心だけを観る

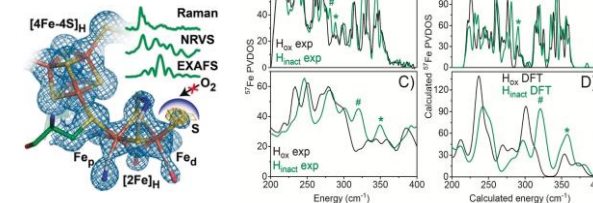
非ヘム鉄酵素ハロゲナーゼの Fe(IV)=O 中間状態の解明



Nature, 499 (2013) 320. doi:10.1038/nature12304

水素を触媒する酵素: ヒドロゲナーゼ

ヒドロゲナーゼのある状態の活性 中心に酸素耐性がある理由を解明



Angew. Chemie Int. Ed. **59**, 16786 (2020).
<https://doi.org/10.1002/anie.202005208>

SPring-8-IIに向けて

極めて小さなエミッタンスを誇るSPring-8-IIではより小さなビームが利用できるとともに、よりエネルギー分解能の高いビームも期待できます。これにより触媒開発に多くのヒントを与えてきた天然に存在する酵素の活性機構解明のみならず、複雑な構造をもつ人工触媒やその反応状態の解明にも貢献していきます。また小さなビームサイズは物性物理などの基礎科学、特に地球科学分野において大きな威力を発揮すると期待されます。

エネルギー領域放射光メスbauer分光 -複雑系-

関連キーワード: 元素選択制

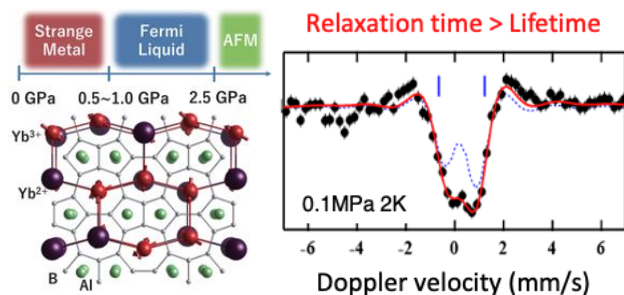
特徴

放射光メスbauer分光は小さなビームサイズや並行ビームが必要な極端条件下や回折条件下、またメスbauer線源に適切な核種がない場合などに威力を発揮しています。特にSPring-8で開発されたエネルギー領域メスbauer分光では元素の状態がスペクトルの分布にダイレクトに反映されるため実材料などの複雑な試料の解析に有用です。Fe, Eu, Sm, Sn, Dy, K, Ge, Ni, Ir, Ybなどの元素で測定可能となっています。

事例

^{174}Yb メスbauer分光による電荷揺らぎの観測

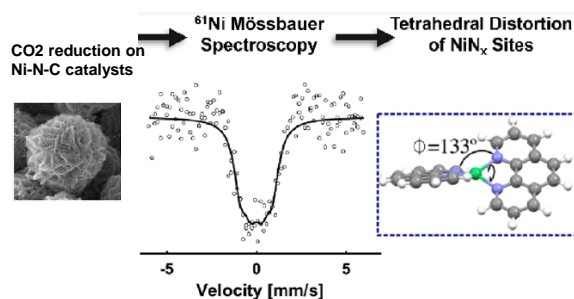
量子物質での異常金属状態における超
低速電子電荷揺らぎの観測



Science **379**, 908 (2023).
DOI: 10.1126/science.abc478

^{61}Ni メスbauer分光による 二酸化炭素還元電極触媒の探究

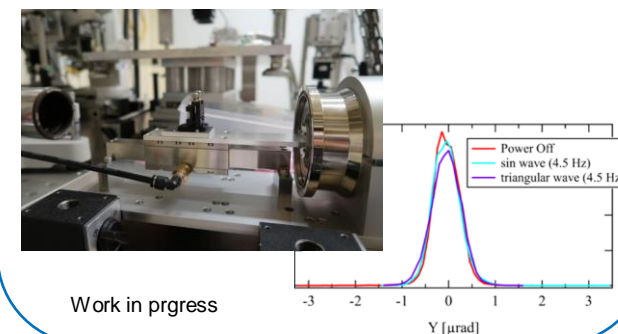
二酸化炭素を還元するカーボン電極
触媒のNiNx サイトの構造研究



J. Am. Chem. Soc. **144**, 21741 (2022).
<https://doi.org/10.1021/jacs.2c09825>

放射光メスbauer線源

より高い集光度を実現するための
 ^{57}Fe 放射光メスbauer線源
分光装置を開発中



Work in progress

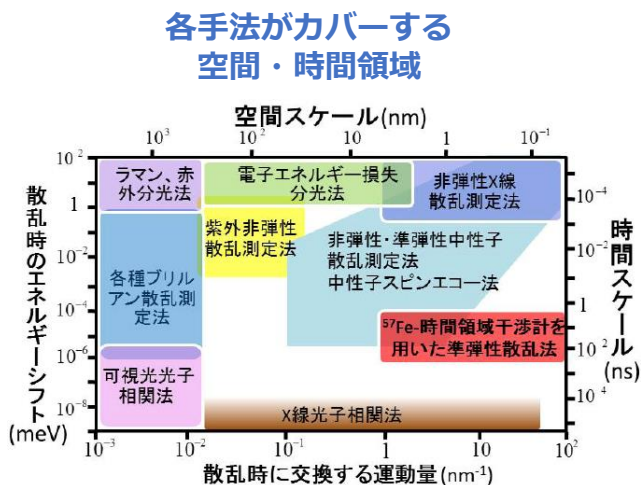
SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの高い輝度によりナビームの利用が可能になり、実材料、天然鉱石、環境汚染物質などの複雑系試料の高い空間分解測定が可能になります。また水平方向の発散角が小さくなるため偏光の利用が容易になり、複雑な系での解析をより簡単にします。また共同利用に向けて、より高い集光度を実現する ^{57}Fe 放射光メスbauer線源分光装置を開発しています。

特徴

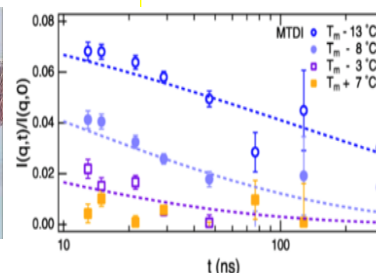
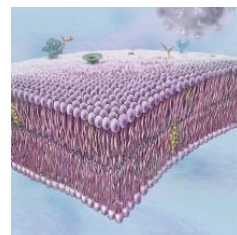
時間領域干渉法による準弾性散乱測定はナノスケールの空間領域でのnsecから μ secの緩和時間をもつスローダイナミクスに関する情報を与えます。この手法の適用対象としてイオン液体、イオン伝導性ガラス、ゴム、液晶、膜タンパク質などが挙げられます。中性子スピネコー法と相補的な役割を担っていますが、水素や微小試料に関してはより容易に測定が可能となっています。

事例



生体膜

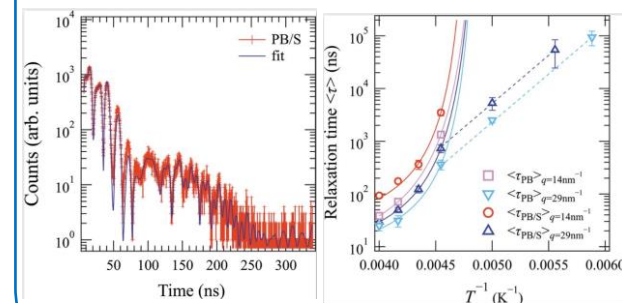
生命活動にかかせない生体膜の性質のより深い理解に向けて



Phys. Rev. Lett. **127**, 078102 (2021).
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.127.078102>

タイヤゴム

ダイナミクスの変化から読み解く架橋されたポリブタジエンのポリマー鎖に対する引っ張りの影響



J. Synchrotron Radiat. **29**, 1180 (2022).
<https://doi.org/10.1107/S1600577522007998>

SPring-8-IIに向けて

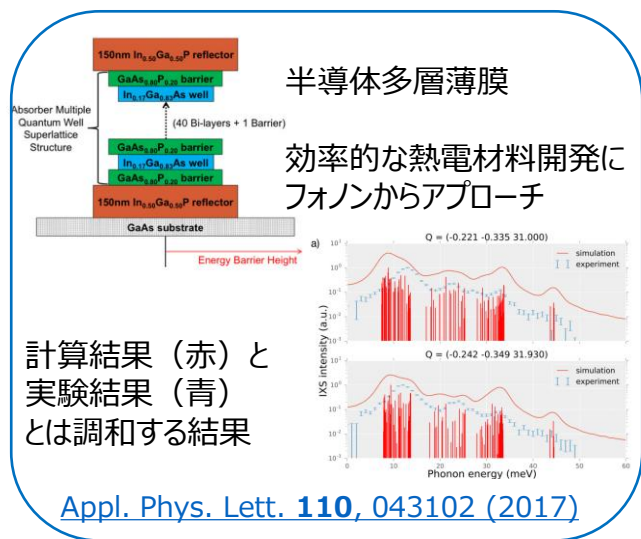
極めて小さなエミッタをもつSPring-8-IIでは、より高い空間分解能での測定が可能になります。SACLA/SPring-8基盤開発プログラムではエネルギー領域での準弾性散乱測定法を開発中であり、従来の手法ではカバーしきれない空間・時間領域での測定も可能になり、基礎研究から実用材料まで幅広い領域での発展が期待されます。

特徴

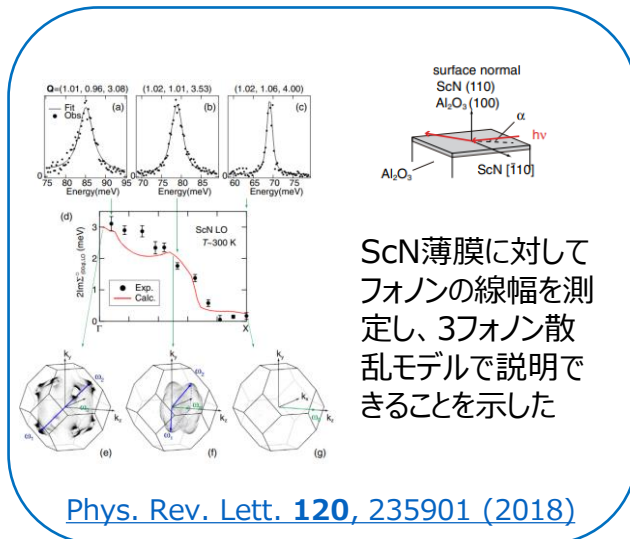
固体中の熱伝導は、自由電子とフォノンが担っています。熱電材料では高い電気伝導と低い熱伝導を示すもの求められ、電子回路の放熱のために高い熱伝導を示す絶縁体も求められています。このような材料の設計を行うにあたり、フォノンの性質をX線非弾性散乱により評価する研究（フォノンエンジニアリング）が行われています。このような材料は時として薄膜状態で合成されるため、基板からのシグナルを除去するために「すれすれ斜入射」での測定が必要となっています。また、すれすれ斜入射は小さな（薄い）試料からのシグナルを増強する効果もあります。この測定方法は中性子によるフォノン測定では完全に不可能です。

事例

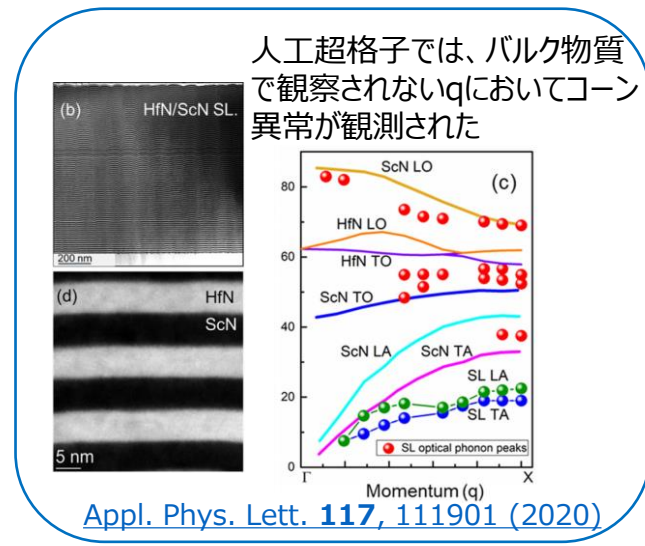
半導体多層膜のフォノン測定



非電導体薄膜のフォノンの寿命



人工超格子中のコーン異常



SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの光源で向上するブリアンスはこれらすべての測定をより簡便にしてくれます。試料上の照射面積は小さくなり、入射角を精密にコントロールすることができます。これまで難しかった試料の温度条件を変化させた測定も可能となりますし、より薄い薄膜や、表層の数ナノメートル領域のフォノン測定も実現できるかもしれません。

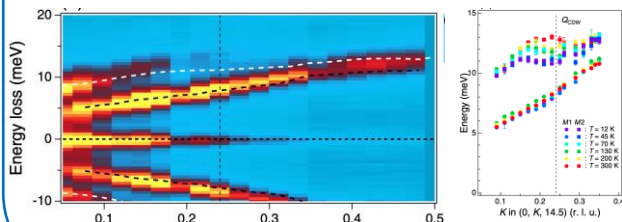
特徴

コンプレックス材料は、様々な自由度が相互作用し、格子ダイナミクスが電子秩序、磁気秩序、結晶構造と相互作用することにより生じる新奇な特性を示す材料です。それらの研究を行う多様なコミュニティに対してX線非弾性散乱は貢献します。就航可能なX線プローブは、他の方法では測定できないような試料に対して、フォノン研究を可能にします。

事例

銅酸化物に共通するフォノン軟化

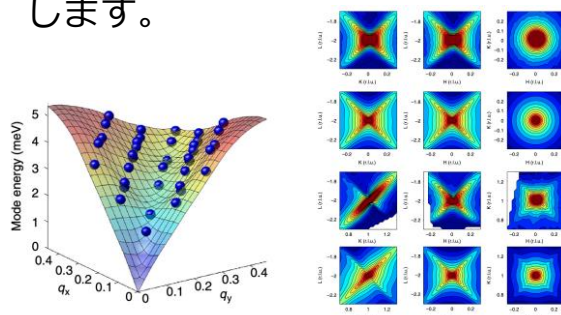
CDW不安定性と、それに関連するフォノンの軟化が、多様な系の銅酸化物超伝導体で生じています。



Phys. Rev. X **8**, 011008 (2018)

反強誘電性のマイクロな起源

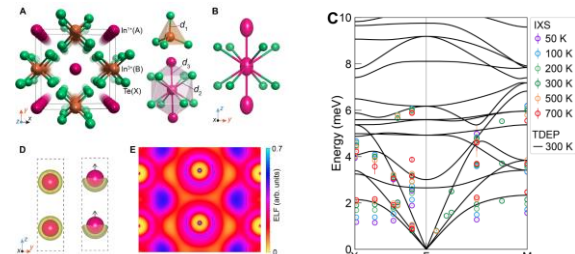
フォノン軟化と散漫散乱から、反強誘電性が隠された相転移によるものであることを明らかにします。



Nature Comm. **4**, 2229 (2013)

フォノンを止める電子

構造研究とダイナミクスの研究を組み合わせることで、孤立電子対が非調和性を引き起こし、熱伝導を抑制することが分かりました。



Angew. Chemie **62**, e202218458 (2023)

SPring-8-IIに向けて

より小さく、より速く、より極限へ：SPring-8-IIではX線のビームサイズが小さくなるため、より小さな試料の測定がより簡単になります。それだけでなく、これまででは測定が難しかったような極限条件（より高温、高圧、またはその複合環境など）下にある試料を取り扱うことが可能になります。

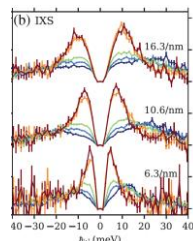
特徴

不規則系は科学に残されているフロンティアのひとつです。液体やガラスのような周期的構造を持たない物質は、技術的に重要ではあるものの、あまり理解が進んでいません。これらは巨視的には連続体として扱われますが、メソスケールではその取扱いが破綻します。高エネルギー分解 ($\Delta E/E < 10^{-7}$) X線非弾性散乱(IXS)は、この領域の物理に対するユニークな窓となります。他の手法では得られない情報を得ることにより、新しいコンセプトや共通性の発見を含む、メソスケール領域の科学の発展に貢献します。

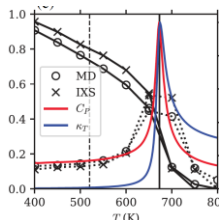
事例

気体的な液体と液体的な気体

臨界点付近の液体は、動的には気体のように振る舞います



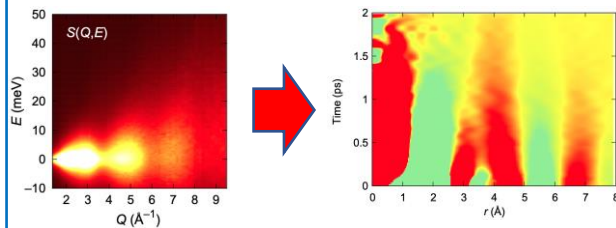
水では、液体中の気体水素結合と関連している



Phys. Rev. Lett. **125**, 256001 (2020)

液体を時空間的に眺める

IXSを用いた新しいアプローチにより、液体のダイナミクスを実空間で直接的に見ることができます



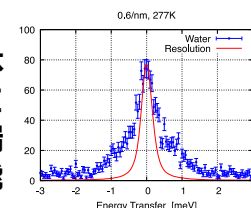
隣り合う水分子間の相互作用

Science Adv. **3** e1603079 (2017)

光散乱とのギャップを埋める

XIXS: Extreme Resolution IXS

0.38 meV FWHM
メソスケールの液体ダイナミクス解明に向けて、世界最先端のエネルギー分解能を達成



Flat Analyser @ 10m
Si(15 15 15) @ 29.66 keV
<0.0002 K rms T control

PSD Area Detector
14x14 mm² 55 um Pixel

Work in Progress

SPring-8-IIに向けて

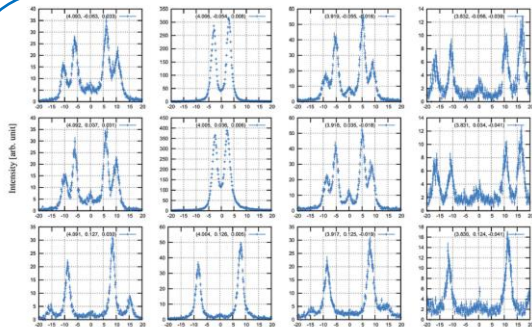
極限的なエネルギー分解によりギャップを埋める：現時点において、光散乱で観察できる~60 nmとIXSで観察される~6 nm (IXS)の間の領域を調べる方法がありません。SPring-8-IIの光源性能は、IXSの測定領域を光散乱の限界点に近づけることが期待されます。これにより、以前は測定が不可能であった液体ダイナミクスの観察が可能となります。

特徴

地球内部は高温高压の世界です。観測に基づき得られる情報は、地球内部の圧力と密度、そして弾性波速度分布のみで、詳細な化学組成や温度条件は未だ推測の域を出ません。地球内部を物質科学的に理解するためには、実験室で高温高压条件下の候補物質の密度や弾性波速度を測定し、地球の観測値と比較することで実現されます。そのためには、高温高压下で精密な弾性波速度を測定することはもちろんのこと、正しい圧力を示すための圧力スケールの創出が必要となります。X線非弾性散乱法を用いることで、地球内部物質を詳らかにします。

事例

単結晶弾性定数と絶対圧力スケールの決定



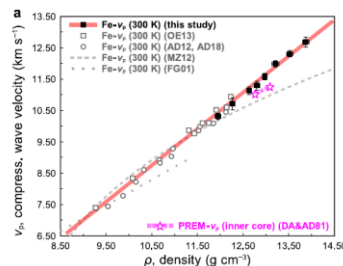
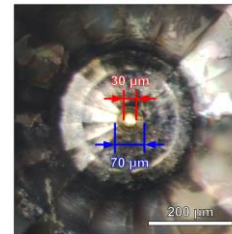
検出器アレイを活用し単結晶弾性定数を効率的に測定

⇒金、白金、NaCl、Taなどの絶対圧力を決定

J. Synchrotron Radiat. **15**, 618 (2008)

地球内核圧力での弾性波速度測定

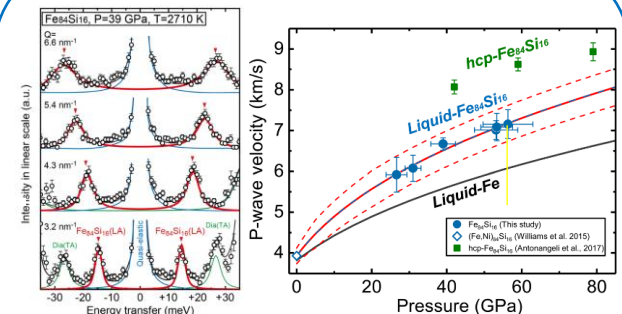
ダイヤモンドアンビルセル中で300万気圧（地球内核の圧力に相当）まで加圧された鉄



密度と縦波弾性波速度の関係から地球核の組成に迫る

Nature Comm. **13**, 7211 (2022)

鉄合金液体の弾性波速度



鉄-シリコン合金液体の弾性波速度から、現在の地球外核がシリコンに欠乏していることを推測

J. Geophys. Res. B **125**, 019399 (2020)

SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの光源ではX線集光が容易になると期待され、超高压条件にあるような微小試料に対する測定がさらに簡便になります。また実験時間を短くすることができれば、長時間保持することが難しいような超高压・超高温状態に置かれた試料に対する測定も可能となり、実際の地球内部の温度圧力条件でのデータ取得ができます。これにより外挿によらない地球内部物質科学研究が展開されます。

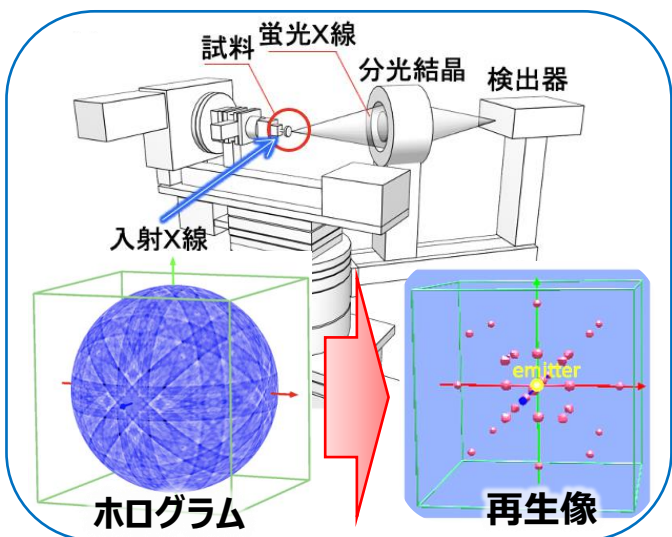
特徴

ホログラフィ技術は、可視光での立体的な像再生や紙幣の偽造防止など広く活用されていますが、SPring-8では大強度かつ広いエネルギー範囲の硬X線を用いることで、**元素を選んでその周りの3次元原子像を原子分解能で可視化**することが可能です。産業上重要な半導体に代表される、結晶中の添加元素まわりの局所構造や、タンパク質内の金属元素周辺構造など幅広い材料に活用できます。

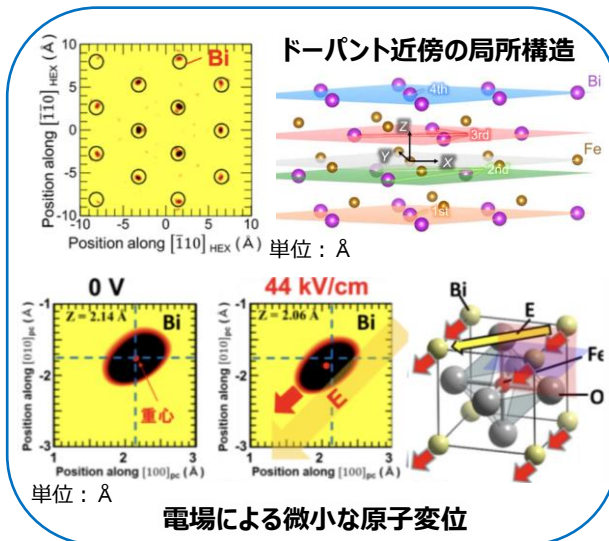
大きな試料空間を有する可搬式の**専用装置**を利用でき、**通常のX線回折では検出できない周期的な秩序構造からの“ずれ”の検出・可視化**に有効です。SPring-8のもつ波長選択性によって多くの元素に対応しています。

ギャラリー

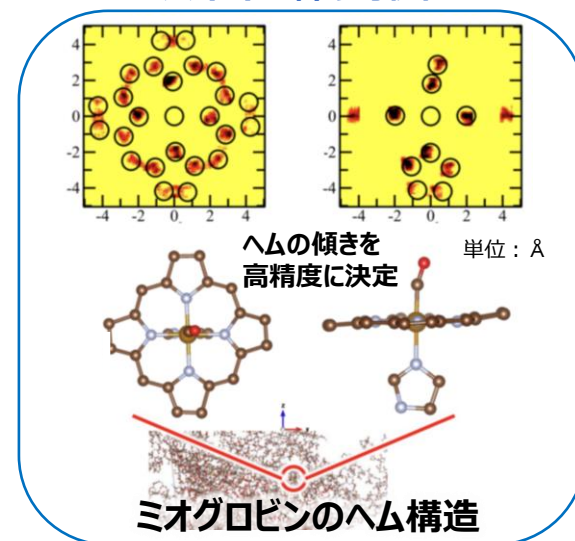
蛍光X線ホログラフィ装置



添加元素周り・原子変位の可視化



バイオ試料の可視化



SPring-8-IIに向けて

これまで評価不可能であった**結晶とアモルファスの中間相を原子レベルで可視化**することで、半導体への不純物添加による伝導特性デザインに代表される、**点欠陥による機能デザインを超えた新しい機能創出**に貢献します。たとえば、複合欠陥や結晶ライクガラスの他、ミクロン・ナノサイズの微小な結晶粒、多孔性ゼオライトといった**実材料の機能に関わる局所構造・単ドメイン内構造の可視化**が実現できます。そのためにナビーム利用を強化します。

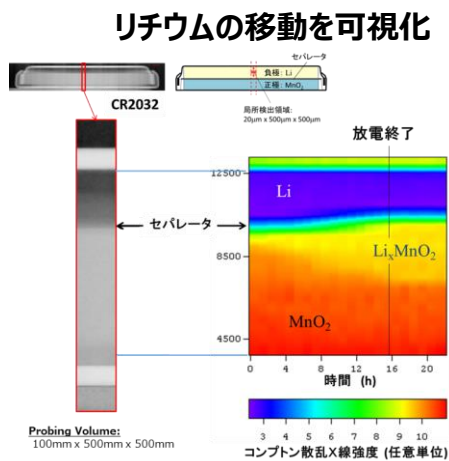
特徴

手の平サイズの対象物の内部観察において、対象物を回転せずに断面を観察する手法は有用です。例えば、蓄電池のようにシステムの中に組み込まれた対象物を動作下で観察する場合には、対象物を回転させることは容易ではありません。コンプトン散乱イメージングは、対象物を回転させることなく、非破壊で内部観察を可能にする手法です。

コンプトン散乱イメージングの特長をまとめると、(1) 対象物を回転させることなく断面像の観察ができる、(2) 軽元素に対する感度を有する、(3) 重元素の蛍光X線分析が同時に可能、などがあります。

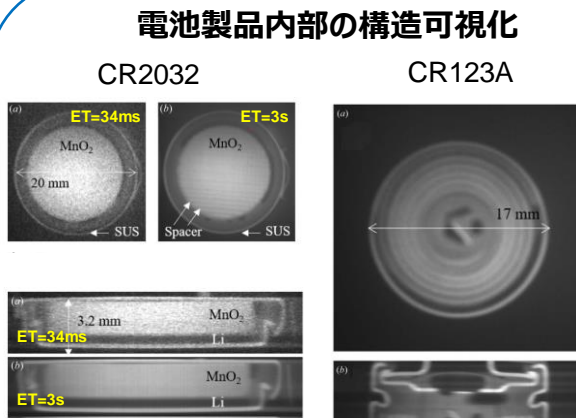
ギャラリー

(1) コイン電池



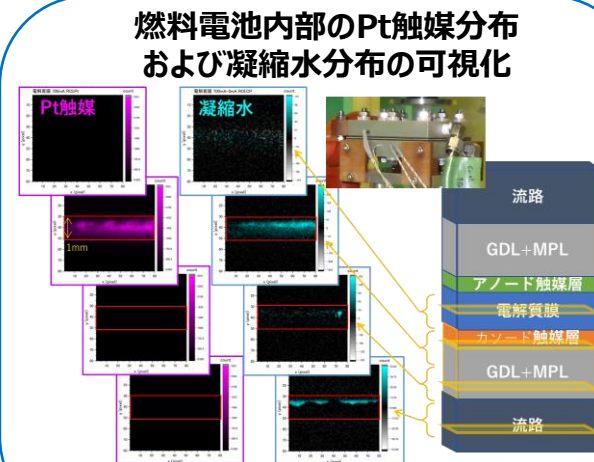
J. Synchrotron Rad. **22**, 161-164 (2015)

(2) 蓄電池製品



J. Synchrotron Rad. **28**, 1174-1177 (2021).

(3) 燃料電池



Appl. Sci. **13(19)**, 10753 (2023)

SPRING-8-IIに向けて

コンプトン散乱イメージングは、手の平サイズの製品内部の構造観察のみならず、製品内部の物質移動などの動的な観察が可能です。軽元素に感度を有するコンプトン散乱と重元素の蛍光X線の同時計測を実現することにより、蓄電池中のリチウムイオンや燃料電池中の凝縮水の動的挙動の観察を実現します。SPRING-8-IIでは、高速観察を実現することにより、製品デジタルツインの構築や現象シミュレータのバリデーション等での活用を目指します。

多目的X線回折

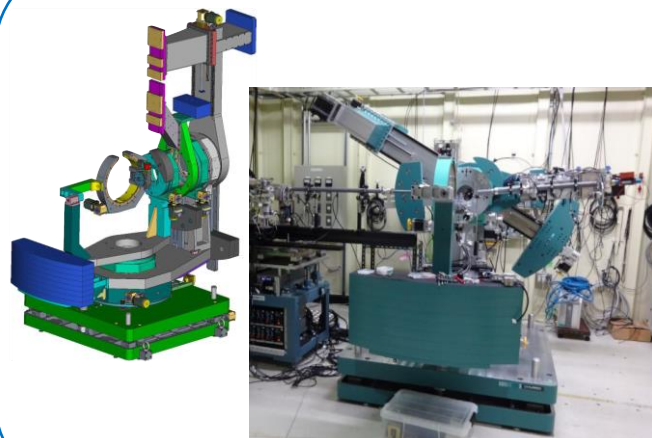
関連キーワード: 多軸回折計、その場観察、オペランド測定、マッピング測定、カスタマイズ

特徴

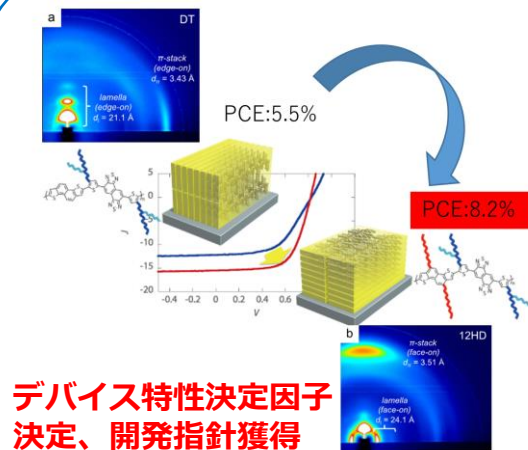
広い試料空間、高い耐荷重、自由度の高い角度・位置制御が可能な多目的X線回折計です。検出器には0次元検出器 + スリット/分光結晶を用いた平行光学系・1次元検出器・2次元検出器から選択でき、各種X線散乱・回折測定が実施できます。X線エネルギーは5 keVから72 keVの範囲で選択できます。試料ステージ上には多様な試料環境制御装置を搭載可能で、薄膜材料、バルク材料、実用材料などのその場観察（加熱・冷却、引張、光照射など）、オペランド測定（充放電、電圧印加など）、マッピング測定など、多様な分析ニーズに合わせて実験レイアウトをカスタマイズ可能です。

事例

多目的6軸X線回折計



有機薄膜の結晶性・配向評価

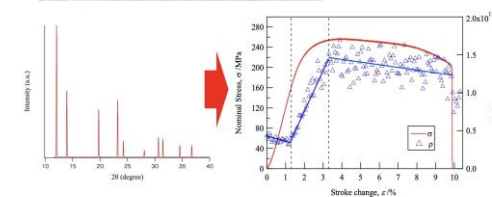


I. Osaka, *et al.*, J. Am. Chem. Soc. 2013, 135, 8834–8837

金属材料の変形中の組織変化評価



構造材料の変形メカニズム
解明



SPring-8-IIに向けて

SPring-8が従来得意とする透過力の高い高エネルギーX線に加えて、SPring-8-IIで100倍に向上される輝度を活かし、オペランド測定やマッピング測定において測定の更なる高速化／高能率化を通して、半導体デバイスや構造材料などの多様な実用材料の製造プロセスのメカニズム解明を促進し、その開発を加速させます。

粉末XRD

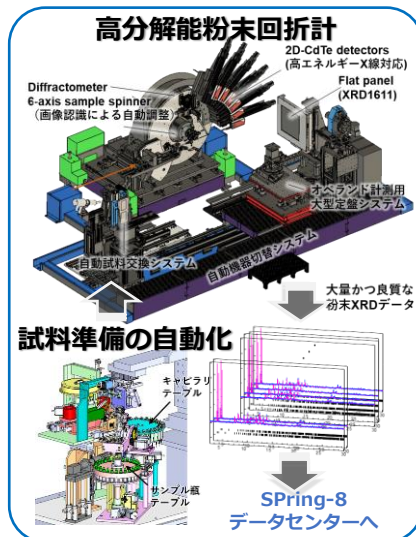
関連キーワード：自動測定、オペランド観察、結晶構造解析

特徴

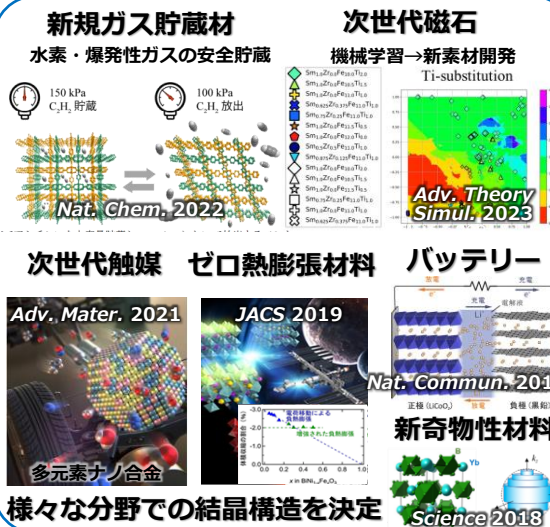
粉末XRDは、物質・材料中の結晶構造や局所構造を調べられ、学術から産業までの様々な分野で利用されています。SPring-8では、高輝度高エネルギーX線と**試料準備～計測まで自動化**されたシステムにより、mgレベルのごく少量の試料であっても**短時間**で優れた角度分解能と広い逆空間の**良質なデータを大量**に得ることができます。また、一過性または繰り返し等の高速プロセス現象に関して、秒からミリ秒の時間分解と多様な試料環境下での**オペランド構造解析**が可能です。このような特徴を活かして、エネルギー問題、脱炭素化に関わる材料研究・開発が実施されています。

ギャラリー

自動粉末回折システム

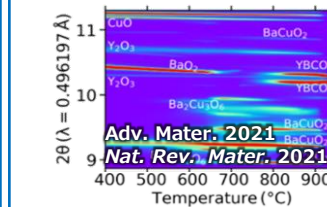


大量かつ良質なデータ創出・活用 (電池・磁石・触媒・医薬品等)

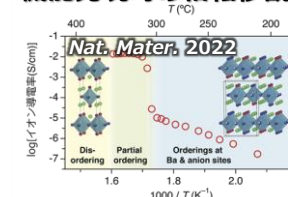


材料製造プロセス観測 (セラミクス、ナノ粒子生成、超伝導体等)

セラミクス製造プロセス可視化

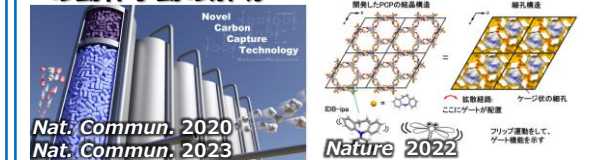


H⁺超イオン導電体の機能発現時の相転移観測

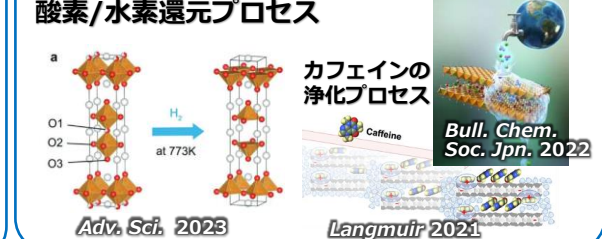


脱炭素・新エネルギー材料 のオペランド観察

次世代CO₂ガス吸着材の動作挙動の解明 水と重水の分離プロセス



水浄化プロセス



SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの高輝度ビームにより計測が高速化され、測定可能な試料数は1000試料/日レベルまで劇的に増加します。生み出される大量かつ良質なデータはSPring-8データセンターへ自動転送され、AIやMI（マテリアルインフォマティクス）を駆使した次世代のDXへと導きます。高輝度・高エネルギーX線を用いることで、オペランド構造解析の質が100倍以上向上し、ミリ秒以下の時間分解能とマイクロオーダーの精度で微小領域の高速観察が可能になります。これらの技術革新により、様々な反応・プロセスの解明が進み、エネルギー・環境問題の解決に貢献します。

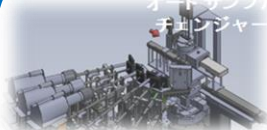
特徴

二体分布関数（PDF）解析は物質中の局所的な歪みを原子レベルで定量的に解析する手法であり、**液体構造・地球科学等の基礎科学から二次電池・環境触媒**といった産業応用まで様々な研究領域で活用されています。PDF解析にはSPring-8の特徴である**高エネルギー放射光X線は必須**であり、これにより他では得られない重要な研究成果が発表されてきました。汎用のPDF測定装置に加えて、その数十倍高速化された**ハイスルーブットPDF測定装置**や、地球内部の高圧環境を再現し**精度良くその場PDF測定**ができる装置も利用可能です。このようにSPring-8では汎用高速計測から極限環境計測まで網羅したPDF測定が実施可能です。

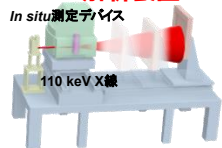
事例

PDF測定装置

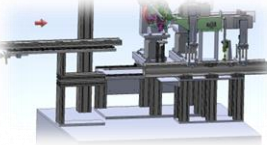
検出器7連装PDF解析装置



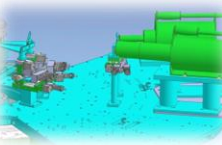
時分割PDF解析装置



ハイスルーブットPDF解析装置



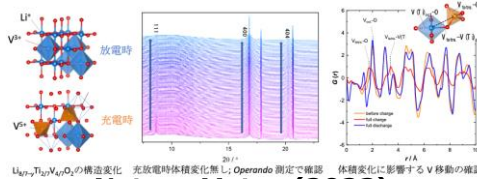
高エネルギーX線高圧PDF解析装置



これらの装置を使い分けることで網羅的な分野のPDF測定に対応可能

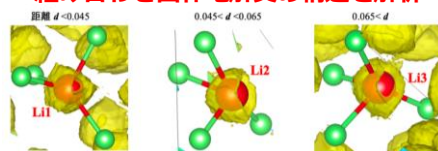
次世代二次電池材料

体積変化がなく全固体二次電池に有用なV系正極材料の構造を解析



Nature Mater. (2023)

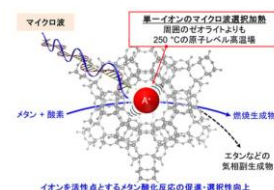
富岳で得られた機械学習とPDFを組み合わせた固体電解質の構造を解析



Energy Environ. Mater. (2023)

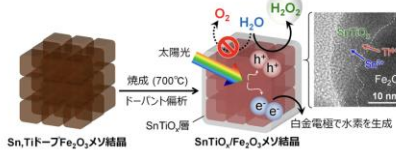
環境触媒

マイクロ波による選択的触媒活性の機序をPDFで可視化



Sci. Adv. (2023)

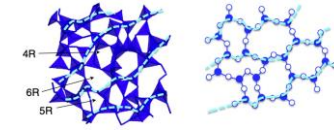
安価な高活性光触媒の活性に資する構造をPDFで解析



Nature Commun. (2022)

高温融体

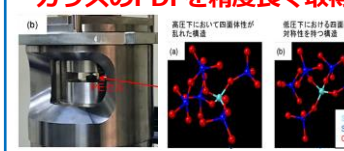
高温熔融液体のその場測定でガラス形成性に寄与する因子を同定



Nature Commun. (2014)

地球科学

その場測定で高圧状態のSiO₂ガラスのPDFを精度良く取得



Nature Commun. (2022)

SPring-8-IIに向けて

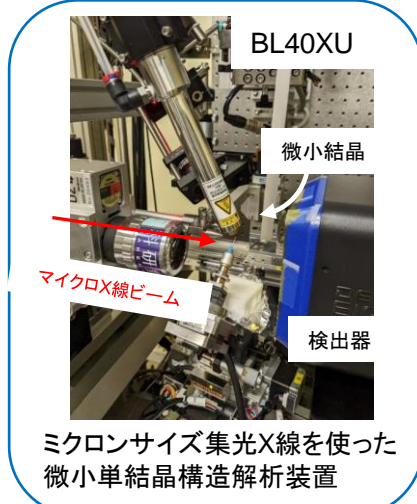
SPring-8-IIではこれまでの**100倍程度のフラックス**を持つ「ピンクビーム」を活用して、PDF測定技術の革新を進めます。これにより**超ハイスルーブット測定**を実現し材料開発研究を飛躍的に加速します。また、得られた**ビッグデータとスーパーコンピューター「富岳」**を活用することで、マテリアルインフォマティクス（MI）によるSDGs材料開発に資するエコシステムを構築していく計画です。**極限環境のその場PDF測定**においてもこのピンクビームを最大限活用し、SPring-8-IIでしか測定できない最先端の研究成果で世界をリードしていきます。

特徴

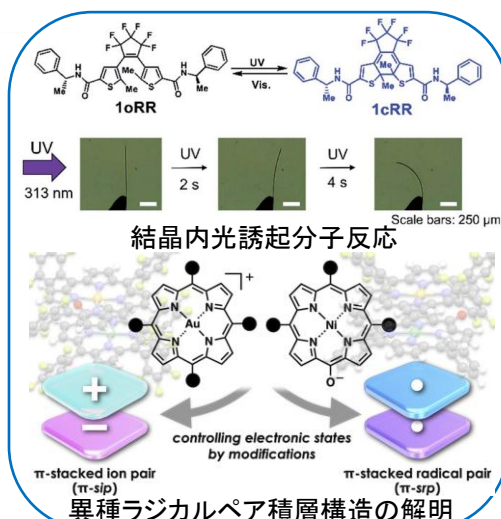
単結晶構造解析は、X線の回折パターンから結晶内の分子構造や原子の配列を決定できる計測手法であり、有機・無機材料やハイブリット材料など新規材料研究や創薬などに幅広く利用されています。SPring-8の高輝度X線を活かした数ミクロンのビームによる有機分子の微小結晶構造解析や、短波長X線を活かした高空間分解能の電子密度レベルの精密構造解析が行われています。さらに、光・熱・圧力などの外場誘起におけるその場単結晶構造解析も可能です。

事例

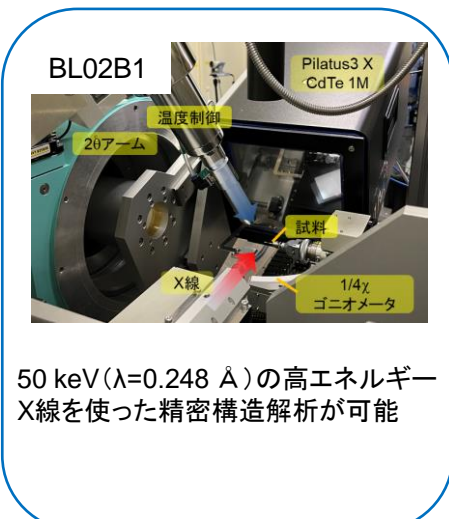
微小結晶構造解析装置



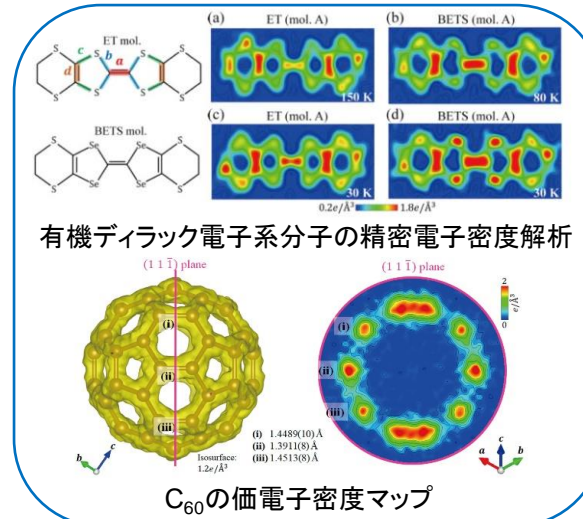
機能性材料の分子構造



精密構造解析装置



高分解能電子密度分布の分析



SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの高輝度・高エネルギーX線と次世代2次元検出器 (CITIUS) により、これまでより一桁小さいサブミクロンサイズの微小結晶で、一桁高精度の回折パターンが測定可能になります。さらに、AIを搭載した微小単結晶自動採取システム、試料交換ロボットを導入し、これまでの10倍以上の1日150個程度の微小単結晶のハイスループット単結晶構造解析を実現します。こうして得られた多量のX線回折パターンをビッグデータ解析やAI解析することにより、目的材料の探索を効率に行うことで新規機能性材料・創薬研究に貢献します。

関連キーワード：格子歪分析、マッピング測定

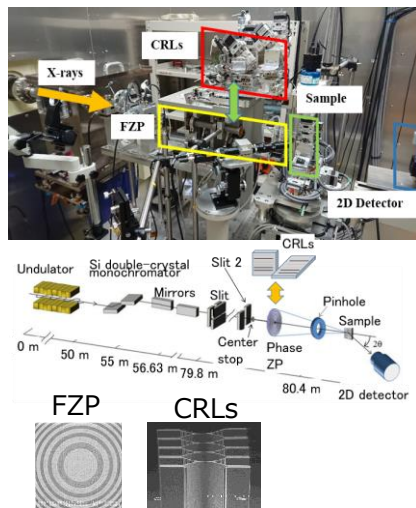
特徴

ナビームX線回折では、フレネルゾーンプレートや屈折レンズを用いて1 μm 以下に集光したX線を利用します。これを用いた回折測定により、材料内部の局所的な結晶構造、格子歪などが分析できます。SPring-8の高輝度、高コヒーレンスな光源性能を最大限活かすことで、高フラックスなナビームX線を生成でき、他施設では困難な高精度で高分解能の局所分析が可能です。

これまで、主に半導体などのデバイス材料を対象とし、微細構造の形成に起因する格子歪や、結晶内部の格子欠陥周辺の歪分布の分析に威力を発揮してきました。これに加え、近年は構造材料や高分子材料に対しても、歪や微小結晶分布など分析ニーズが高まっており、ナビームX線回折の利用層は広がっています。

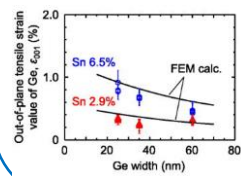
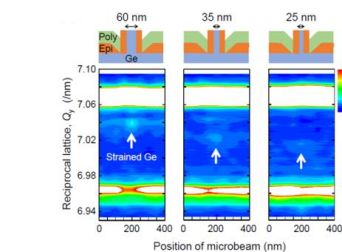
事例

ナビームX線回折装置



半導体微細構造内部の局所歪評価

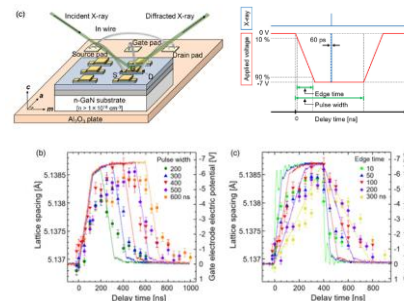
埋め込み $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x/\text{Ge}$ 微細構造内部の局所歪評価



Ike et al., Appl. Phys. Lett. **106**, 182104 (2015).

時分割ナノXRDによるオペランド測定

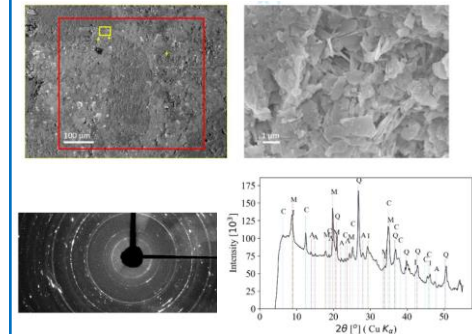
AlGaN/GaNの逆ピエゾ効果による格子歪の分析



H. Shiomi et al., Appl. Phys. Express **14**, 095502 (2021).

材料内部の局所結晶分析

コンクリート内部の結晶相分布



A. Aili et al., J. Am. Ceram. Soc. **105**, 6924 (2022).

SPring-8-IIに向けて

より高輝度になったSPring-8-IIでは、ナビームX線の強度が100倍に増加します。これにより、測定も100倍高速化され、短時間で多くの試料のマッピング測定が可能となります。また、ナビームX線をさらに微小化し、数10 nm分解能というこれまでにない精細なマッピング測定も実現されます。さらに、回折強度が不足し難しかった多結晶試料や微小結晶も測定可能となり、ナビームX線回折が適用可能な材料が大幅に広がります。

また、相補的な手法であるX線トポグラフィにおいても、高精細・大画角カメラを活用したデジタルトポグラフィの利用を推進します。

XRDイメージング/3DXRD

関連キーワード: グ레인、方位マッピング

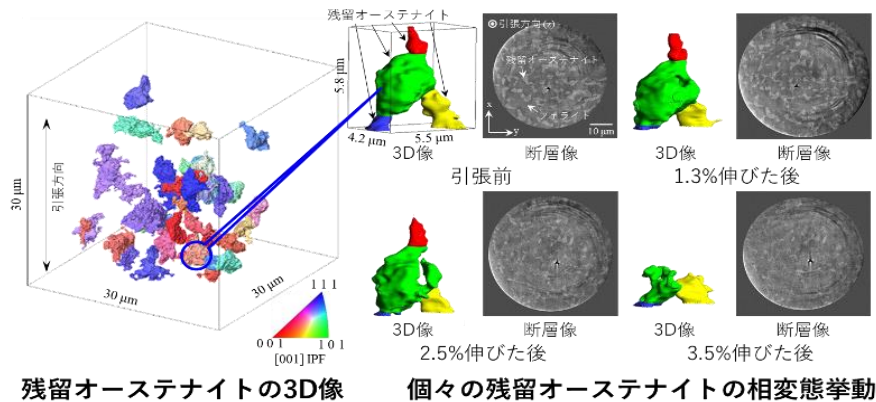
非破壊、オペランド

特徴

マイクロビームX線とX線回折計測を組み合わせることにより、鉄鋼材、アルミニウム合金、ハンダ等の金属材料内部のグレイン一粒一粒に対して、非破壊で形状と方位を同定することが可能となりました。粒間・粒内方位差分布、粒形状等を統計的に処理することにより、外力印加、温度変化等にもなう材料の機械的特性の変化の要因を、ナノレベルで解明します。さらに、100keV領域の透過力の高い高エネルギーX線を用いることにより、センチメートルオーダーの厚さの実用材料内部の非破壊分析も行ないます。

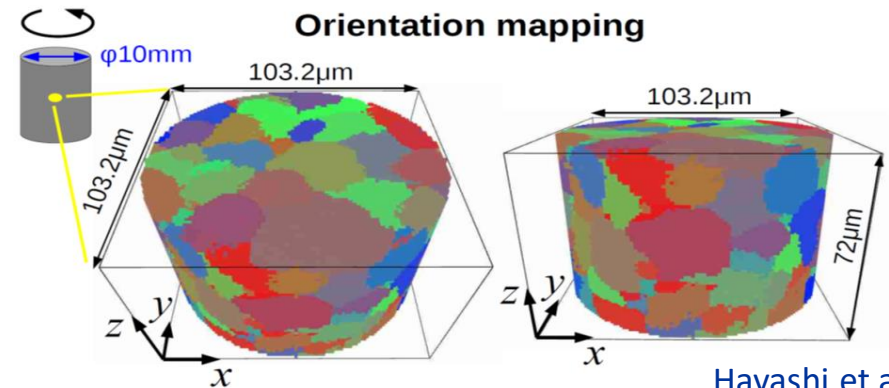
事例

鉄鋼材の相変態



Toda et al., Acta Mat. (2022).

鉄柱内部の非破壊方位マッピング



100keVの高エネルギーX線を用いて、φ10mmの鉄ロッド中のグレイン方位を非破壊3次元マッピング

SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIでは、高エネルギーX線の集光ビームの強度が100倍向上し、現在半日かかっている計測時間が数分程度に短縮され、様々な実用材料の計測がルーチンで行えるようになります。生産プロセスの最適化にも大きく貢献することが期待されます。

高圧力環境下XRD (大容量プレス)

地球惑星ダイナミクス、極端環境測定

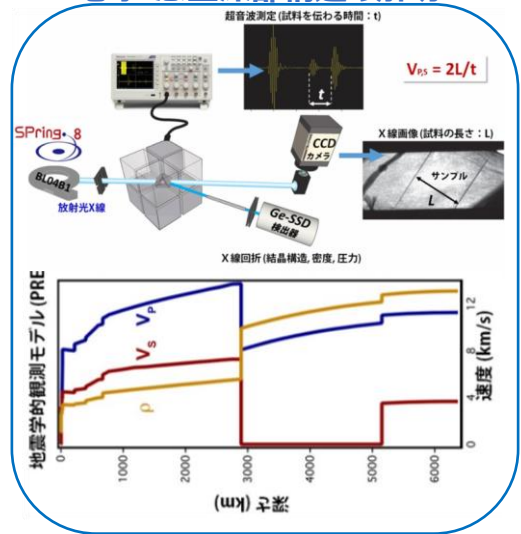
特徴

高圧力環境下にある試料の結晶構造や物性その場測定は、地球惑星科学などの学術研究ばかりでなく、高温超伝導体など新奇材料開発の産業分野にも不可欠な研究手法となっています。SPring-8の大強度・高エネルギーX線の光源性能を活かし、大容量高圧プレス装置による静水圧・均一加熱環境はもとより、高圧下の変形・破壊ダイナミクスのX線回折精密測定も可能です。これにより、高度に制御された偏差応力下でも試料のマイクロ-マクロの挙動解明など、高圧環境下での多種多様な情報を得られます。

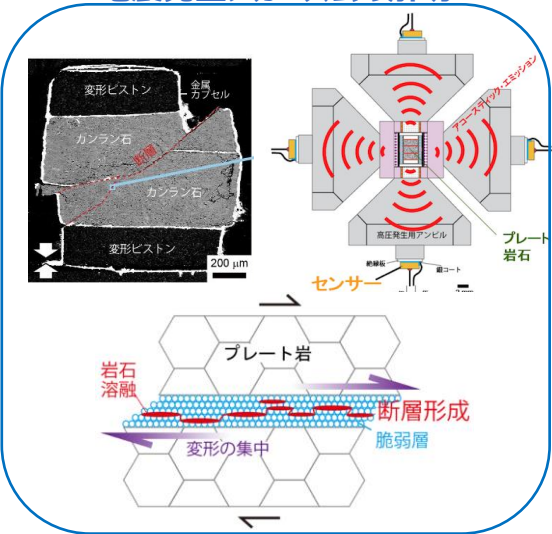


事例

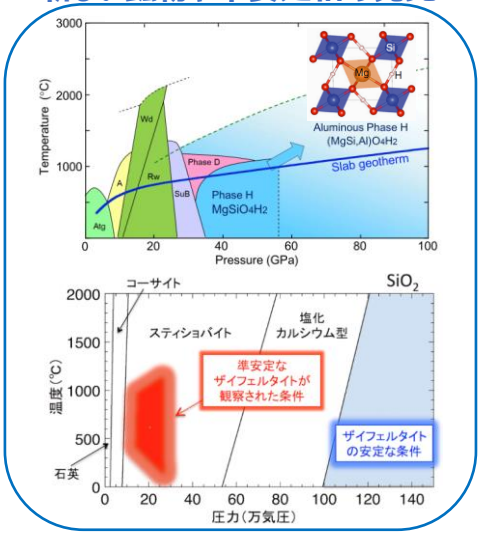
地球・惑星深部構造の解明



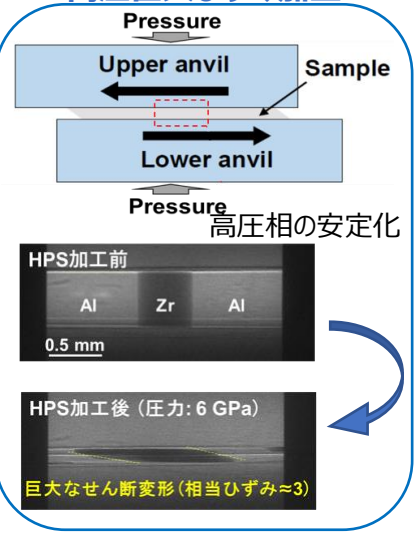
地震発生メカニズムの解明



新しい鉱物や準安定相の発見



高圧巨大ひずみ加工



SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの高エネルギー・高輝度X線を利用して、SPring-8での秒から大きく高速化してミリ秒の現象を測定できるようになります。特に地震・火山など社会的貢献度の高い研究や天体衝突等の地学現象の研究分野で威力を発揮します。このような高速測定は、天然に近い不均質試料の化学組成や結晶構造の2D・3Dマッピングを可能にします。SPring-8-IIの高圧力環境下XRDは、材料開発のプロセス観察や品質管理にも応用でき、超高圧環境での実用材料の開発に貢献します。

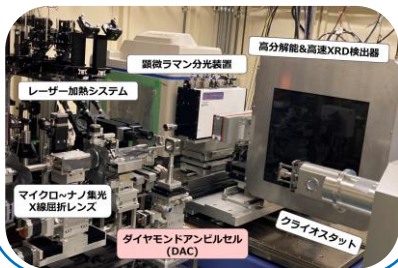
特徴

ダイヤモンドアンビルセル(DAC)は0.1~数100 GPa以上の高圧と低温/高温環境を組合わせた極限試料条件を生成することが可能な装置です。SPring-8の高輝度高エネルギーX線をマイクロレベルに集光することで、ダイヤモンドを透過して、DACの微小な試料室から効率よく結晶構造情報を得ることができます。また、試料環境として広い温度範囲をカバーし、超極限環境下での地球深部科学、物性物理学分野における研究が盛んに行われています。さらに、ラマン分光や電気抵抗測定などと組み合わせた複合XRD計測基盤を整備・自動化しており、次世代機能性材料の効率的な探求にも貢献しています。

ギャラリー

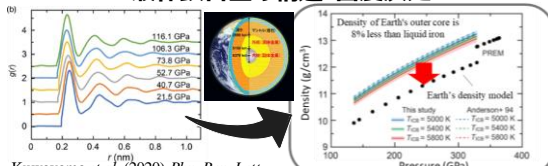
DAC-XRD計測装置

圧力条件:
0.1 GPa
~>1 TPa
温度条件:
7 K
~>6000 K

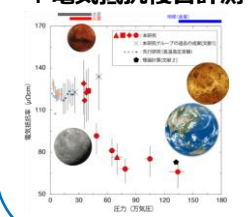


地球惑星深部とそのルーツの探索

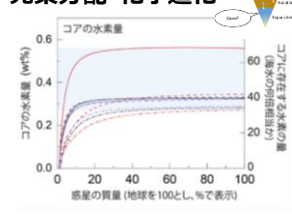
地球外核を構成する
液体鉄合金の構造・密度決定



液体鉄合金の高速XRD
+ 電気抵抗複合計測

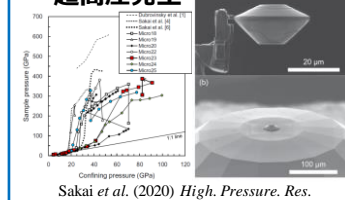


原始地球の
元素分配・化学進化



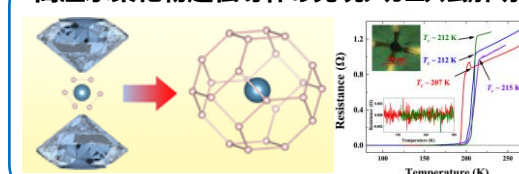
未知の物理化学現象の解明

1 TPaを狙う
超高压発生



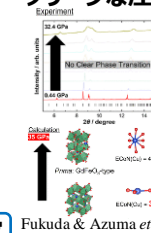
水素貯蔵合金・超伝導体の研究

高温水素化物超伝導体の発現メカニズム解明

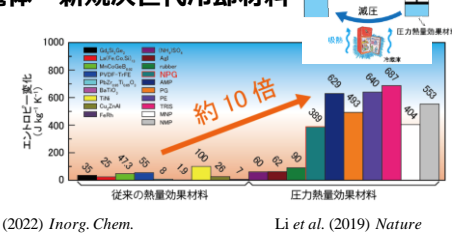


脱炭素・環境負荷の軽減を狙う 新エネルギー材料の探求

高压下で探索する
グリーンな圧電体



圧力熱量効果をもつ
新規次世代冷却材料



室温超伝導体の組成制御



SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIの高輝度・高エネルギーX線を最大限に活用していきます。**従来の100倍のフラックスをもつ微小集光ビーム**を提供し、1 TPa以上の超高压環境下の計測やナノプローブ解析を実現します。同時に、**高圧実験のDX化**を推進し、高速かつ多量のデータを容易に得られるようにします。こうして、SPring-8-IIのDAC-XRDは水素脆化しにくい材料、高温超伝導体や熱電変換材料といった**環境に優しい新規材料の探求**に貢献します。

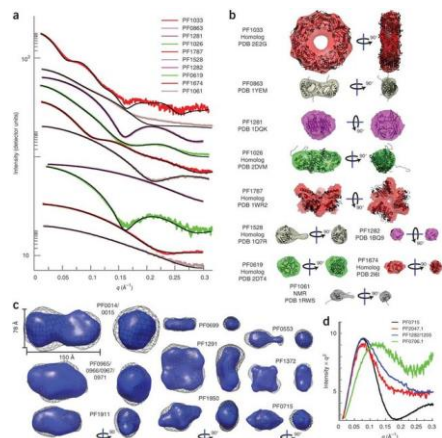
特徴

小散乱角領域のX線散乱測定 (SAXS)は、物質内に形成されている析出物や微粒子、ミセル、ラメラ等の会合構造のようなメソスコピックなサイズ (数nm~数100nm) の構造評価に有用な手法で、多様な材料に適用可能ですが、SPring-8の高輝度放射光を用いることでラボ装置より高速な測定を実現でき、反応プロセス中の構造変化をその場で追跡する**オペランド測定**が可能です。さらに放射光源の高平行性による高散乱角分解能を活用して極小散乱角領域の測定 (USAXS)を実現でき、**凝集構造のようなラボ装置では難しい大きな高次構造 (~数100nm程度) も評価可能**です。また、高速測定を活かして**自動測定システム**による大量試料の効能率測定も可能です。サンプル表面近傍でX線を全反射させて計測するGI-SAXSも可能です。

ギャラリー

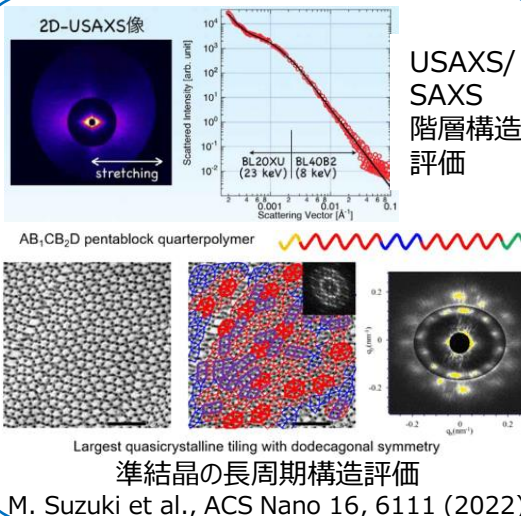
SAXS

サンプルのサイズ、形、界面の情報を取得。



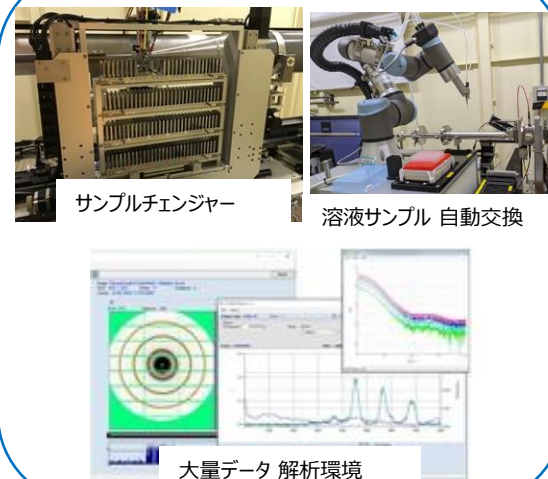
G.L. Hura et al., Nat. Meth. 6, 606 (2009)

USAXS



M. Suzuki et al., ACS Nano 16, 6111 (2022)

自動SAXS測定システム



大量データ 解析環境

SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIで100倍に向上される輝度を活かしたオペランド測定の更なる高速化や大量試料測定等に向けた高測定能率化を通して、**ポリマー材料等の機能を担う高次構造の形成メカニズム**解明を促進し、その材料開発を加速させます。大量に得られるSAXS像をデータベース化し、**機械学習・情報科学**を活用した**マテリアルズインフォマティクス**を促進するなど、X線散乱データ活用に革新をもたらすことが期待できます。

イメージングSAXS

関連キーワード：局所構造解析、散乱CT、
散乱イメージング同時計測

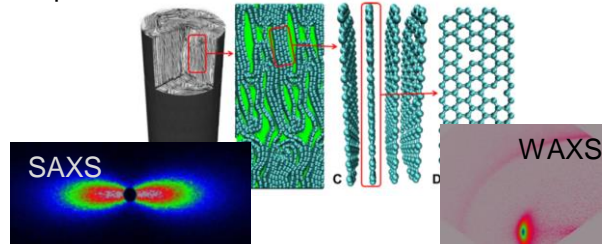
特徴

小角X線散乱法(SAXS)は、**サンプル内部のナノスケールからミクロスケールの構造**についての情報を解析する実験手法です。通常の測定法に加えて、X線の入射方法や散乱情報の取得方法を工夫したり、他の手法と組み合わせたりすることで、**局所場や3次元的な構造分布についての情報**を引き出すことが可能です。具体的には、サンプルに入射するX線をマイクロビーム化する、透過イメージングやコンピュータ断層撮像(CT)を組み合わせる、などの方法があります。

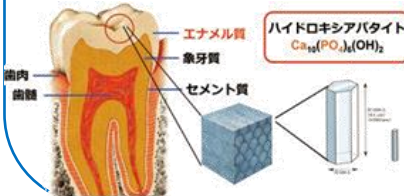
ギャラリー

マイクロビームSAXS

μmサイズの炭素繊維を対象とした測定



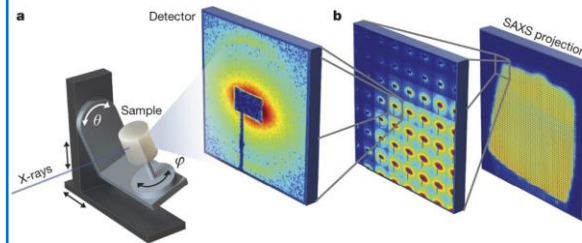
C. Zhu et al. Carbon 235 (2012)



歯の再石灰化について、μビームX線分析

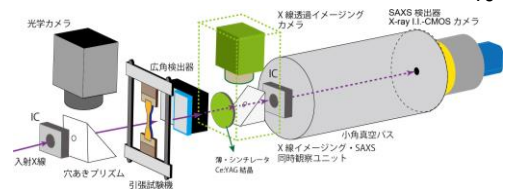
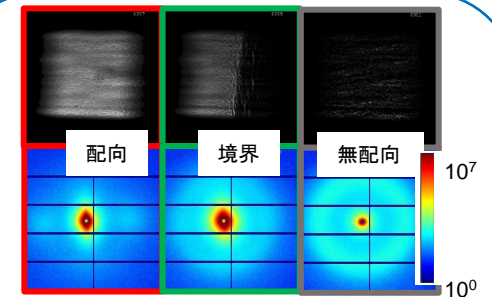
SAXS-CT

散乱X線計測とコンピュータ断層撮像(CT)を組み合わせることで、サンプル内の構造パラメータ(サイズ、周期、形状)分布を評価します。



Schaff et al. Nature 527, 353 (2015)

散乱・透過イメージング同時計測



SPRING-8-IIに向けて

輝度の向上と高速X線検出器CITIUSの導入により、イメージングSAXSの測定時間の1桁以上の短縮が見込まれます。SAXS-CTについては測定時間を現状の10時間程度から10分程度に短縮し、実用的な手法として利用できるように整備を進めます。また、解析法の高度化も進め、平均化された構造情報だけでなく、**実空間におけるナノスケール構造の分布**を容易に得られるシステムを構築します。製造方法や成分が異なる材料の散乱・回折データを多数蓄積し、マッチング解析することで材料開発や科学捜査などに活用されることも見込まれます。

高速SAXS・XPCS

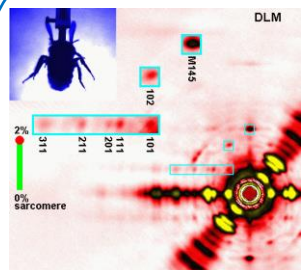
関連キーワード：不均一性評価、ダイナミクス解析、in-situ、in-vivo

特徴

小角X線散乱法(SAXS)は、サンプル内部のナノスケールからマイクロスケールの構造についての情報を解析する実験手法です。高輝度X線と高速の検出器を利用することで、構造の時間発展を高速で追跡することが可能となります。具体的には、溶液混合時の反応過程、引張・圧縮時のサンプルの変形過程、光吸収や温度変化時の構造変化などの観測が可能です。透過率の高い硬X線が利用できるため、サンプル周辺の環境の自由度が高く、in-vivo、in-situ計測への応用が見込まれます。また、コヒーレントX線を利用したX線光子相関分光法(XPCS)により、内部構造の揺らぎを反映したサンプルの硬化・軟化過程などを分析することができます。

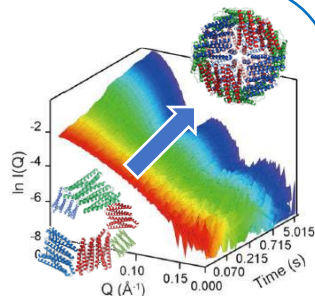
ギャラリー

高時間分解SAXS：構造変化追跡



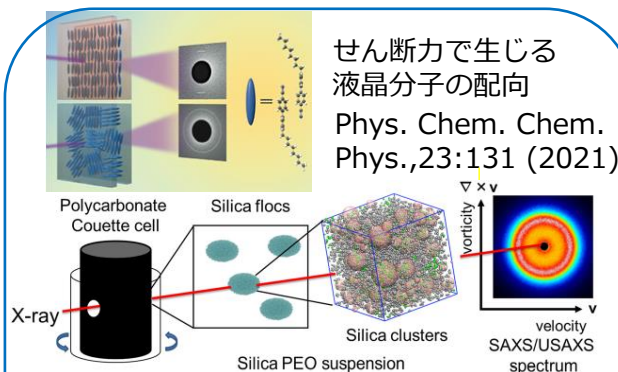
Science, 341, 1243 (2013)

高輝度X線を利用することで、サンプルの構造変化や会合過程を高時間分解で追跡します。



Biochem. 55, 287 (2015)

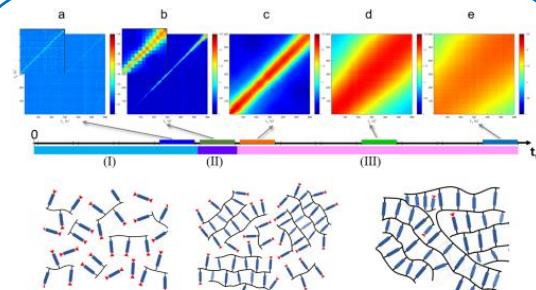
レオロジー散乱X線



せん断力で生じる液晶分子の配向
Phys. Chem. Chem. Phys., 23:131 (2021)

Colloids & Surfaces A, 658, 130727 (2023)
ソフトマテリアルのレオロジー散乱計測。粘弾性を示すサンプルが外力によって変形を受けた際の構造変化を追跡。化粧品、接着剤、電池材料などの分散性や成膜過程の評価が行えます

XPCS



Sci. Rep. 11, 9767 (2021).

エポキシ樹脂が硬化する過程をXPCS追跡。硬化温度条件が変わることで、形成される網目構造が変化することが見出されました。

SPRING-8-IIに向けて

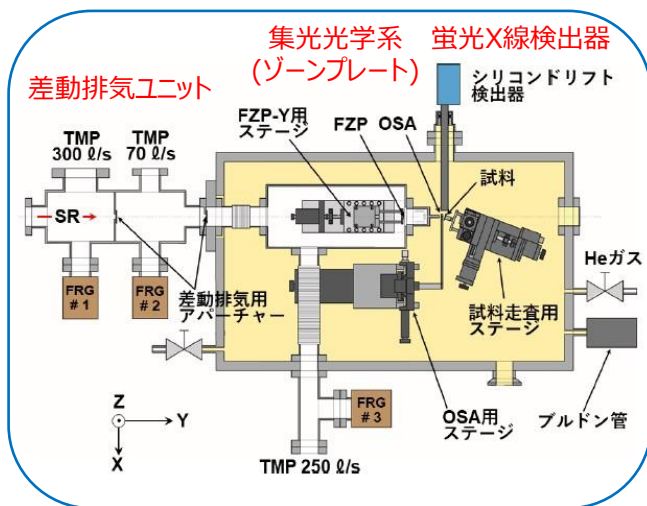
輝度の向上と高速検出器CITIUSの導入により、各散乱法の時間分解能を飛躍的に向上させます。連続測定でサブミリ秒、ポンププローブ法でナノ秒の分解能を目指し、 10^{-9} から 10^2 秒の時間スケールをカバーします。また、高いコヒーレントフラックスを活用することで、局所的な構造を反映したスペックル像解析が実用的な手法として利用できるようになります。スペックル像の時系列変化を解析することで、これまで困難であった密度揺らぎのダイナミクスの観測や、密度揺らぎが引き起こす相変化過程の観測などが可能となります。

特徴

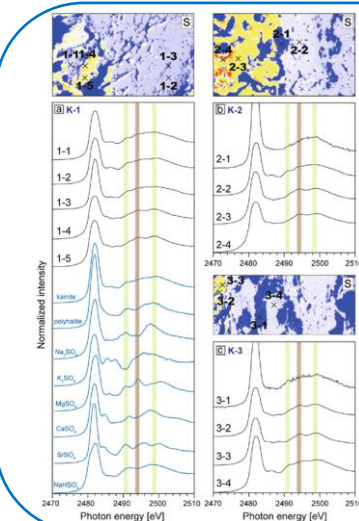
軟X線XAFSは、有機物などに多く含まれる軽元素の電子状態や、機能性材料で多く利用されている金属の電子状態の観測が可能となっており、物性物理から触媒化学、環境科学などの分野で利用されています。元素やその化学状態の分布を観察するXAFSイメージングも可能です。超高真空環境下での測定に限らず、差動排気を利用することで高真空からヘリウム大気圧環境下でも活用されています。また、左右円偏光の高速スイッチング技術と最大2Tの電磁石を用いて、軟X線磁気円二色性(SX-MCD)の高効率測定が可能で、試料の磁氣的性質を構成元素ごとに調べることができます。

ギャラリー

軟X線XAFSイメージング装置



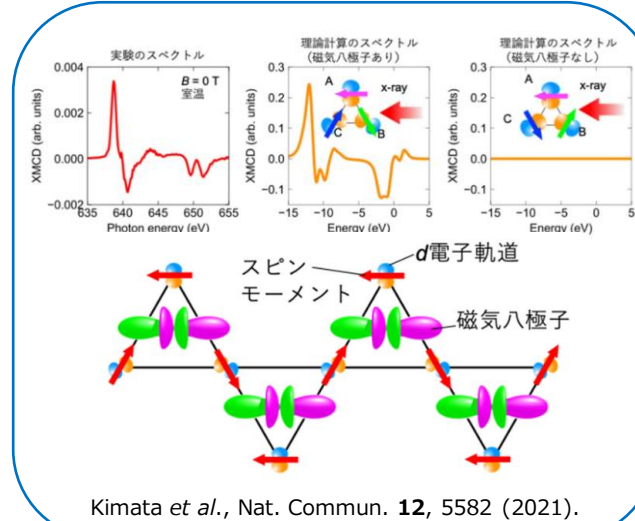
XAFSイメージングによる微量元素の挙動解析



走査型顕微分光測定
 ✓ 鉱物中の組成分析
 ✓ 微量元素の抽出
 → 鉱物を構成する元素組成と硫黄との相関を可視化

Isaji et al., Prog Earth Planet Sci. **6**, 60 (2019).

SX-MCDによる磁気八極子の実験的検出



Kimata et al., Nat. Commun. **12**, 5582 (2021).

SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIで実現する高コヒーレンス光や高輝度ナビームを最大限に活かしたXAFSイメージングの高空間分解能・高スループット測定を実用化するための技術革新を進めます。これにより元素や化学状態の空間分布や時系列変化計測の高効率化を実現し、化学反応メカニズムの解明に寄与することで、触媒等の高機能性材料開発を加速します。また、データ駆動科学との連携によって、2D/3D空間モルフォロジーとそのキネティクスの解明を促進し、基礎研究から産業利用に亘る多方面での活用を促進します。

特徴

角度分解光電子分光は、物質中の電子の運動を運動量-エネルギー分布として可視化する手法として知られ、機能性材料の化学状態や電子状態を直接的に知ることができます。SPring-8では、マイクロ集光された高強度軟X線を用いた、世界最高性能の軟X線角度分解光電子分光 (SX-ARPES) 測定が行え、3次元運動量空間における電子状態を高エネルギーかつ高角度分解能で観測できます。

測定試料としては、バルク結晶、薄膜、フレークなど幅広い形態を対象とすることができます。さらに、マイクロ集光軟X線を利用して電子状態の実空間分解測定も行えるため、デバイスの性能分析などにも活用できます。

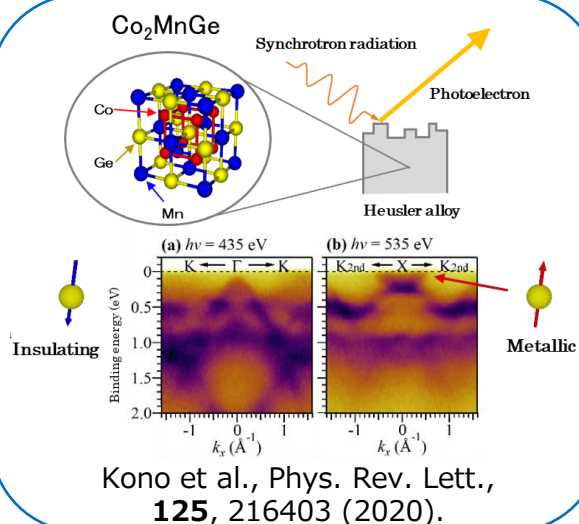
ギャラリー

マイクロ集光軟X線ARPES装置

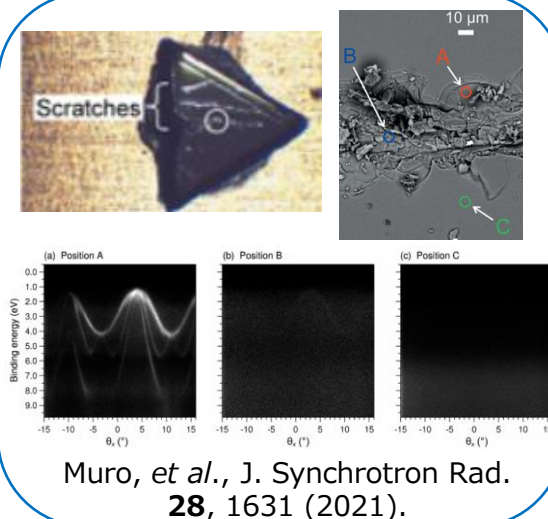


スポットサイズ: $10 \times 10 \mu\text{m}^2$
 エネルギー分解能: $E/\Delta E < 20000$
 測定温度: 7 K ~ 300 K

劈開困難なホイスラー合金における ハーフメタルバンドの直接観測



シリコン単結晶の 実空間分解ARPES測定



SPring-8-IIに向けて

軟X線領域でも高エネルギー帯に属する1000 eV以上の活用を強化します。また、SX-ARPESの最大の弱点である光電子収率の低さを克服するため、**深層学習を用いたデノイジングシステムを導入し、ハイスループット化を実現**すると共に、**超高エネルギー分解能化を実現**します。輝度とコヒーレンスが飛躍的に向上する放射光を活用し、前人未至の**3次元運動量分解電子状態ダイナミクス研究のプラットフォーム**を構築します。

軟X線イメージング(光電子結像型、走査型)

関連キーワード: 分光イメージング、PEEM、SPELEEM、ナビーム

特徴

軟X線イメージングは、**軽元素を中心とした元素やその化学状態分布を観察**する手法で、磁性体、半導体デバイス、誘電体、強相関系化合物、生体由来試料、有機物などを対象とした**物質科学、地球・惑星科学、犯罪捜査**など、幅広い研究分野で活用されています。ナノスケールに集光した放射光を走査することで、**蛍光X線や励起電流の強度をマッピングし、元素分布や価数状態、磁気・電荷秩序など多彩な情報が10~100 nmスケールの分解能で得られます**。また、放射光を入射することで放出される電子を結像する**光電子顕微鏡 (PEEM)**の利用も可能です。投影結像型であることからデータのスループット性の高さが特徴です。

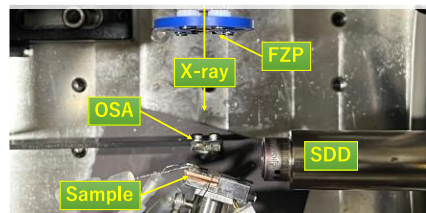
ギャラリー

測定装置



PEEM

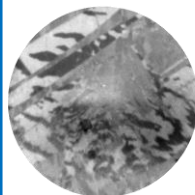
走査型軟X線顕微鏡



PEEM

NiO(001)/Fe(1 nm)ヘテロ接合の
磁気・電荷ドメイン構造

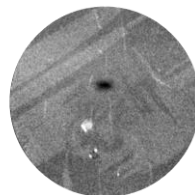
Fe L-edge XMCD
(強磁性磁区)



Ni L-edge XMLD
(反強磁性磁区)



O K-edge XLD
(双晶ドメイン)



走査型軟X線顕微鏡

数100nmに集光したX線を用いた
微小領域での化学状態分析が可能

試料面が平滑なら、薄片・チップ・
厚片がそのまま分析可能

- ・低真空環境分析
- ・He雰囲気分析
- ・オペランド分析
- ・絶縁体分析可能



Spring-8-IIに向けて

Spring-8-IIでは軟X線領域において利用できる光子量が2桁程度向上します。この利点を活かして**微小な元素シグナル・磁気シグナル等の検出能の向上、像取得の高速化による実効的な空間分解能の向上**などが期待されます。また、高フラックス化によるスループット性の向上により、**機械学習によるデータマイニング**が促進され、機能発現メカニズムの解明に有用な情報などを効率的に抽出することが可能になります。

プロダクションCT・自動CT

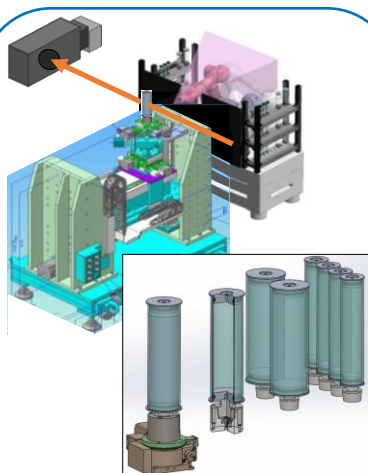
特徴

X線CTによる非破壊イメージングは、医療、製品検査からセキュリティまで広く活用されていますが、SPRING-8では、大強度の高エネルギーX線を用いることで、ラボ機では得られない高精細の3次元CT像を、分厚い試料に対しても手軽に取得することが可能です。最新のX線カメラを用いることで、視野数十ミリを達成しつつ、画素サイズ数ミクロン以下という高い空間分解能を実現しており、学術から産業まで幅広い分野で活用されています。

専用カプセルに収納可能な試料は、カプセルごと送付頂だけで、自動CT装置によって、X線計測から3次元再構成まで一気通貫の分析が可能です。また、文化財等の、サイズが大きく貴重な試料の非破壊分析も実施します。他の手法による精密解析に先立つ事前分析としても有効です。

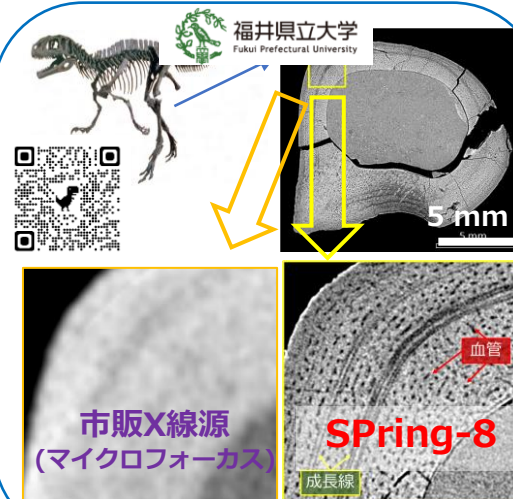
事例

自動CT装置



専用カプセル

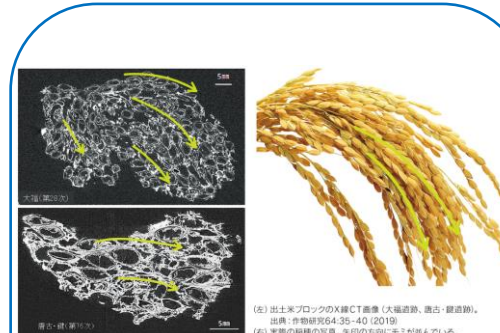
恐竜 (フクイラプトル) の化石



市販X線源 (マイクロフォーカス) **SPRING-8** 成長線 血管

Imai et al., JSR (2023).

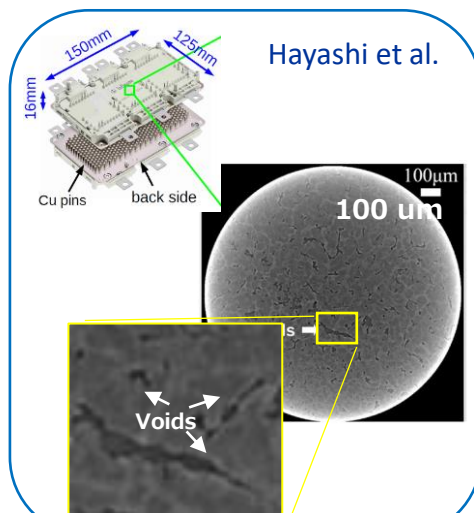
文化財



出土米ブロックのCT像から、弥生時代の稲作の状況を知る。

Inamura et al., 作物研究 (2016).

パワーモジュールのハンダ接合



Hayashi et al.

SPRING-8-IIに向けて

透過力の高い高エネルギーX線の活用をさらに強化します。撮影データはSPRING-8データセンターに自動的に転送され処理が進みます。3次元セグメンテーションをはじめとする機能解析や、関心領域のみ抽出するROI解析等の高度な解析が手軽に実施できるようになります。スパコン「富岳」とも連携しながら、インフラ材料のビッグデータ解析、部品・製品の故障解析、化石・文化財のデジタルカタログの整備など、多方面への展開が期待されます。

特徴

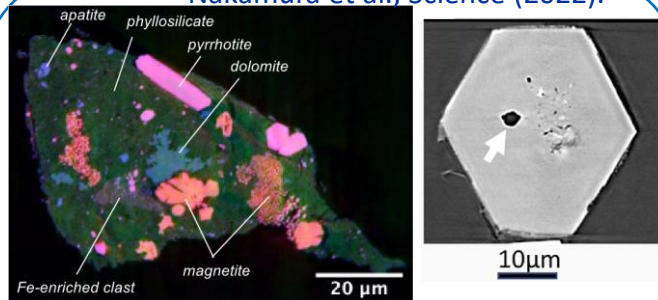
X線CTは物体の3次元内部構造を可視化できます。SPring-8ではナノCTとマイクロCTを組み合わせることで、mmサイズの試料中を100nmの分解能で可視化する技術を開発しています。これはマルチスケールCTと呼ばれていますが、特に15keV以上のX線を利用することで、高い効果を発揮します。さらに、最近ではコヒーレンスを活用したタイコグラフィという手法により、10ナノメートル以下という高い分解能の計測が進展しています。

小惑星試料の分析や、脳神経細胞の可視化など、関心領域を破壊せずに微細な3次元構造を描出するような利用がなされています。最近では、これらの技術を構造材料や複合材料に利用する企業ユーザーが増加しています。

ギャラリー

小惑星リュウグウ粒子の分析

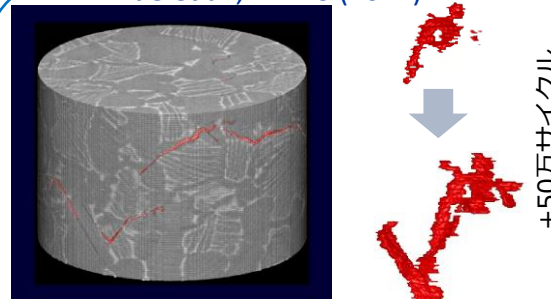
Nakamura et al., Science (2022).



層状ケイ酸塩からなる細粒なマトリクス中に、様々な鉱物や有機物が存在。磁硫鉄鉱や炭酸カルシウム粒子中の空隙には $\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2$ 流体などが含まれていることを明らかに。

Ti合金の亀裂伸展のその場観察

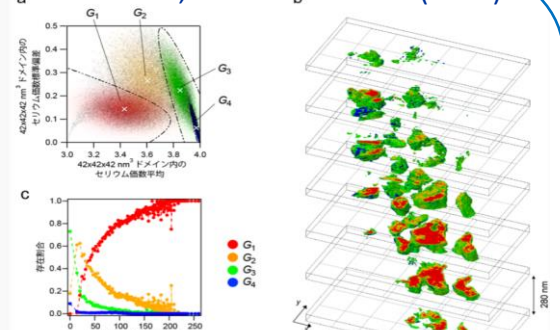
Xue et al., FFEMS (2022).



Ti-6Al-4Vで発生した超高サイクル疲労をその場観察。破断の起点を見つけ、それが進展していく様子を捉えた。

の機能機能のナノレベルの可視化

a Hirose et al., Commun. Chem. (2019).



タイコグラフィ XAFS-CT法により、触媒粒子の価数情報の3次元分布をナノレベルで可視化した。

SPring-8-IIに向けて

輝度の向上によって、ナノCTにおいては空間分解能と位相感度の向上がなされます。これにより、透過型電子顕微鏡CT(TEM-CT)との分解能ギャップが埋まり、様々なレベルでの3次元観察が可能となります。生物が持つ3次元微細構造とその機能を解明し利用する、バイオメテックスなどへの展開が期待されます。

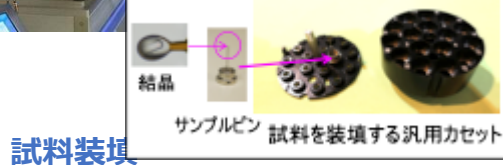
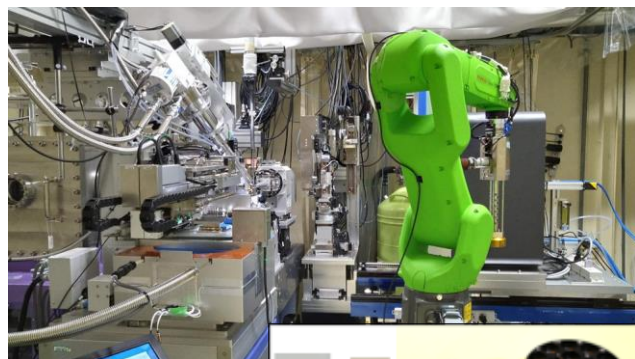
さらに、フルコヒーレントなX線とCITIUS検出器を活用することで、シングルナノメートル分解能のタイコグラフィ計測が分オーダーで可能となり、半導体等の重要物資のナノレベル計測がルーチンでできるようになります。

特徴

タンパク質のX線結晶構造解析は、構造生物学や創薬研究の基盤となる技術であり、広く活用されていますが、SPring-8では、高輝度X線と試料交換ロボットや高感度高速検出器の整備により、短時間で高分解能の回折強度データを取得することが可能です。これにより、学術から産業まで多くの研究者に活用されています。通常の来所測定はもちろん、凍結結晶試料は世界標準のサンプルピンと汎用カセットに収容・送付により自動測定(メールインサービス)や遠隔測定が実施できます。また、高精度測定にも力を入れており、短波長X線 (~30 keV) を用いた超高分解能測定も実施可能です。

事例

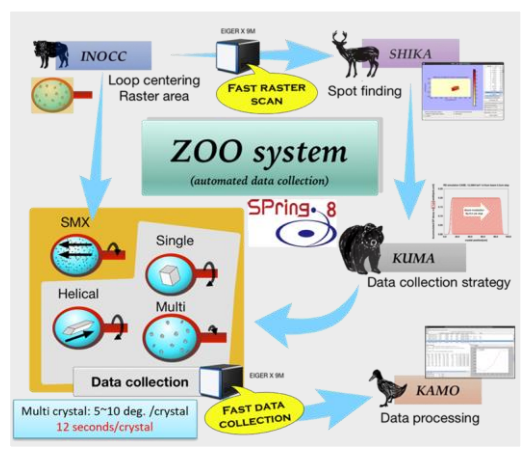
自動回折計



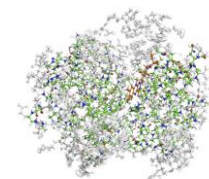
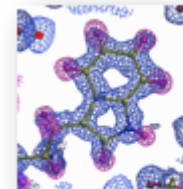
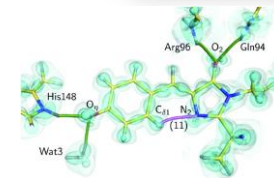
試料装填

サンプルピン 試料を装填する汎用カセット

自動測定ZOOシステム



短波長回折による高分解能測定

Takaba et al., *Sci Rep* 7, 43162 (2017)Takaba et al., *IUCrJ* 6, 386-400 (2019)

SPring-8-IIIに向けて

高輝度微小ビームを活用したシリアル測定技術を取り込むことで解析試料を拡大し、創薬や合成生物学に必要なスクリーニングの高速化など、自動測定における測定の高精度化・多様化・利便性向上を進めます。生体高分子用回折計として希少な高エネルギーX線測定環境の整備も継続し、他の量子ビームとの併用も見据え、高精度分析に貢献します。

相関構造解析

関連キーワード: 単粒子解析, 性状評価, 試料調製, Cryo-TEM

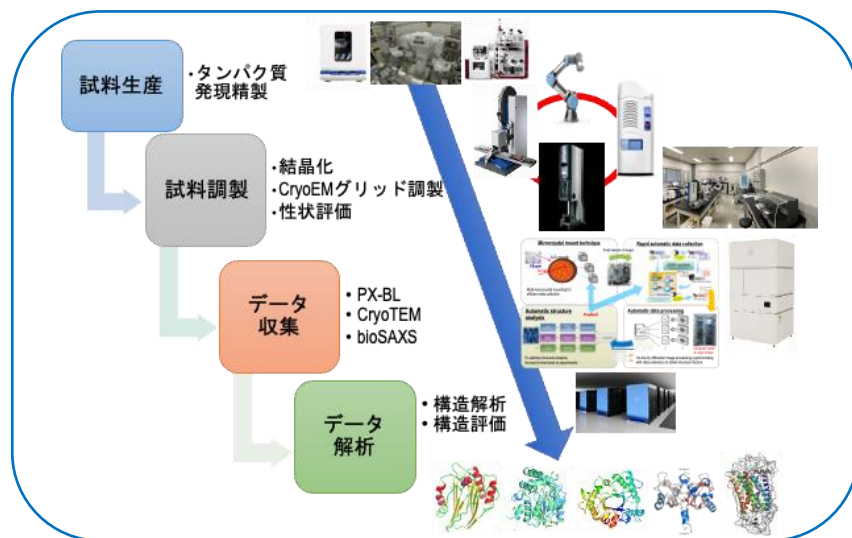
特徴

生体高分子構造解析の技術は多様化が進んでおり、複数の測定法を組み合わせ、より詳細な分子の振る舞いを明らかにする相関構造解析にも取り組んでいます。結晶化困難な試料の性状評価や構造解析にはCryoTEMやBioSAXSの測定支援を実施します。

さらに、試料生産からデータ解析まで含めた実験環境を整備し、これらの要望に応じていきます。特に、これから結晶化を行いたい試料がある場合にも、結晶化環境による施設での高効率な結晶準備と結晶化プレートのままでの回折測定に対応します。

事例

構造解析パイプライン



結晶準備環境と評価測定

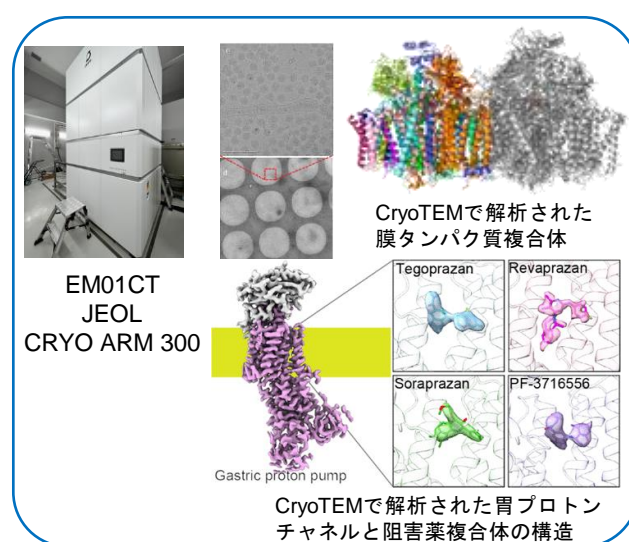


結晶試料準備施設 (蓄積リング棟)



プレート回折計 (BL26B1)

CryoTEM



SPring-8-IIIに向けて

生体高分子の多面的な構造化学研究を進めるため、動的結晶構造解析等の測定手法とCryoTEM, bioSAXSを組み合わせた利用支援を行います。ビームラインの高性能化に伴う多様な測定手法に対応し、各手法に最適な標的試料の調製から解析までの一貫した環境整備を進めます。

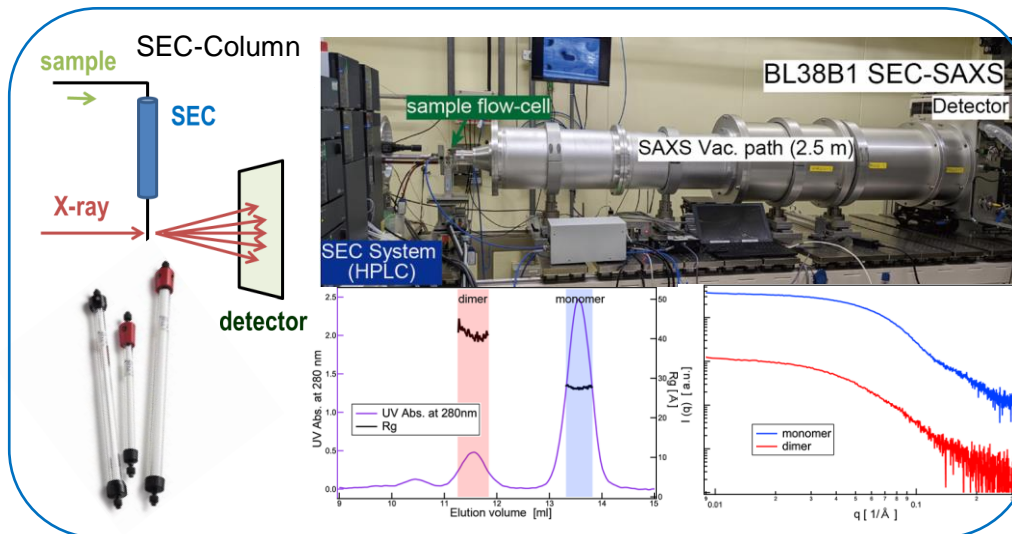
BioSAXS

関連キーワード: SEC-SAXS、動的解析

特徴

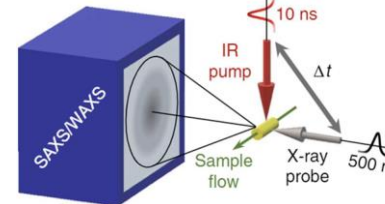
BioSAXSはタンパク質など生体高分子の溶液構造を解析する手法として広く活用されています。SPRING-8では、高強度のX線を用いることで、ラボ機では得られない高精度の構造を、短時間で希薄な条件でも測定することが可能です。高精度の検出器を用い、平行化された細いX線ビームを利用することで、高い小角分解能を実現しており、学術から産業まで幅広い分野で活用されています。また、タンパク質分離用のゲルろ過クロマトグラフィーと測定セルを接続したSEC-SAXS法が利用できます。これによって解析に適した単分散の溶液を得ることができ、分子サイズの混在した溶液からでもそれらの成分分析が可能です。

事例 サイズ排除クロマトグラフィー連結SAXS装置

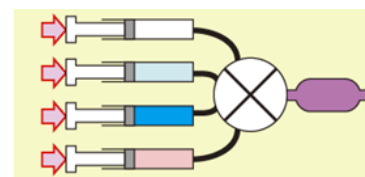


動的構造解析

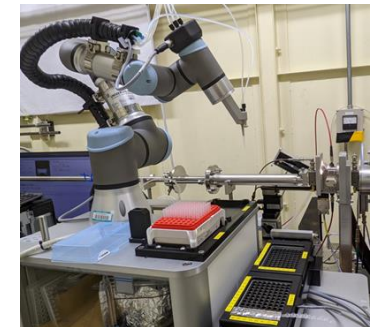
ポンプ・プローブ法 (ns - μ s)



ストップフロー法 (ms)



自動測定・解析



溶液交換ロボットによる自動測定

SPRING-8-IIIに向けて

高品質で高輝度のX線ビームを利用して、多くの実験条件 (濃度、温度、pH、リガンド濃度) での網羅的な測定を可能にするとともに、滴定型SAXS、高時間分解、広範な角度領域の散乱計測を実現します。これらを他の実験手法の結果と連携させ、動的構造、反応機構、多型分布、多型分布の動的変化など機能解析を多様化し、機能物質・薬剤の設計や品質管理を高度化・効率化します。

H4 動的結晶構造解析・室温測定

関連キーワード: 時分割測定・構造多型、シリアル結晶構造解析

特徴

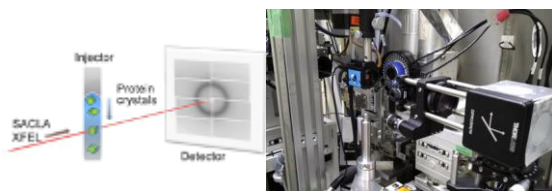
タンパク質の結晶構造解析では、常温での測定により液体窒素温度では見られなかった動的性質の重要性が近年認識されるとともに、XFELによる動的構造解析も大きく進展しました。SPring-8では常温での測定環境を整備するとともに、シリアル測定による動的構造解析測定に対応します。動的解析では微小結晶に対して光照射や基質添加を行い結晶内で反応を開始し様々な遅延時間後に回折データを取得することにより、反応過程の様々な状態を捉えることができます。また、予備的測定として結晶化プレートそのままに回折像を測定することも可能です。

事例 シリアル結晶解析法を用いた動的構造解析

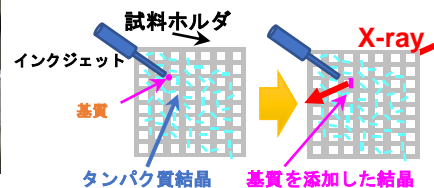
msec-sec時間分解能を標的とした構造解析

- SACLAで開発されたインジェクターシステムを取り入れたレーザー励起による時分割測定手法の開発
- 固定シリアルターゲット法 (SSX) の装置および手法開発

SACLAで開発されたインジェクターとレーザー励起による動的構造解析システム



固定シリアルターゲット法の概要



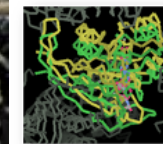
常温測定法 - HAG法

水溶性高分子コーティングと試料雰囲気温湿度制御技術

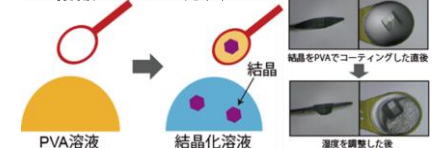
- 温度(4-70°C), 湿度(50-100%RH), pH変化に対応
- 顕微分光測定や光励起への展開



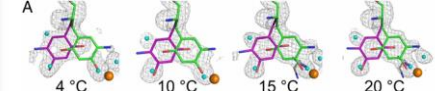
湿度変化による構造変化



結晶マウント方法



温度変化による構造変化



SPRING-8-IIIに向けて

ピンクビーム技術による2桁以上の強度向上と微小ビームにより、さらなる微小結晶やマイクロ秒オーダーの時分割測定を実現します。この適用拡大により動的構造ゲノミクスを実現し、遷移構造情報も考慮にした構造ベース創薬等の応用につなげます。