

5. ビームライン

フォトンファクトリー (PF) には、2.5 GeV の PF リングと 6.5 GeV/5.0 GeV の PF-AR の 2 つの放射光源加速器があり、真空紫外線から硬 X 線まで幅広いエネルギー領域の放射光を利用することが可能である。図に示すように、2024 年度末現在では PF リングに 39 (建設中の BL-11A, -11B を含む)、PF-AR に 9 の実験ステーションがあり、それぞれの実験に最適化された装置や制御系が整備されている。これらのビームラインは 10 の測定手法グループと、それらを束ねた 6 のビームライン群に分類されており、放射光共同利用実験審査委員会では、2021 年度に申請された実験課題より、ビームライン群に対応した審査分科で審査されることになった。

実験ステーションのうち、2022 年度末で閉鎖された BL-11A, BL-11B, BL-11D の機能を統合した BL-12A 「広波長域軟 X 線ビームライン」の建設が完了し、2024 年 11 月よりユーザー利用が再開されている。BL-11 には「開発研究多機能ビームライン」が建設中であり、2025 年後期に利用開始予定である。また、PF-AR の SE2A に素粒子原子核研究所が建設した「測定器開発テストビームライン」(AR-TBL) の利用実験も行われている。AR-TBL は放射光ではなく、PF-AR 内に挿入するターゲットから発生する電子ビームを導いて測定器の開発に利用するビームラインである。共同利用実験課題は素粒子原子核研究所に設置される課題審査委員会で審査されるが、放射光共同利用実験課題審査委員会経由でも物質科学の課題を受け付けることが可能である。

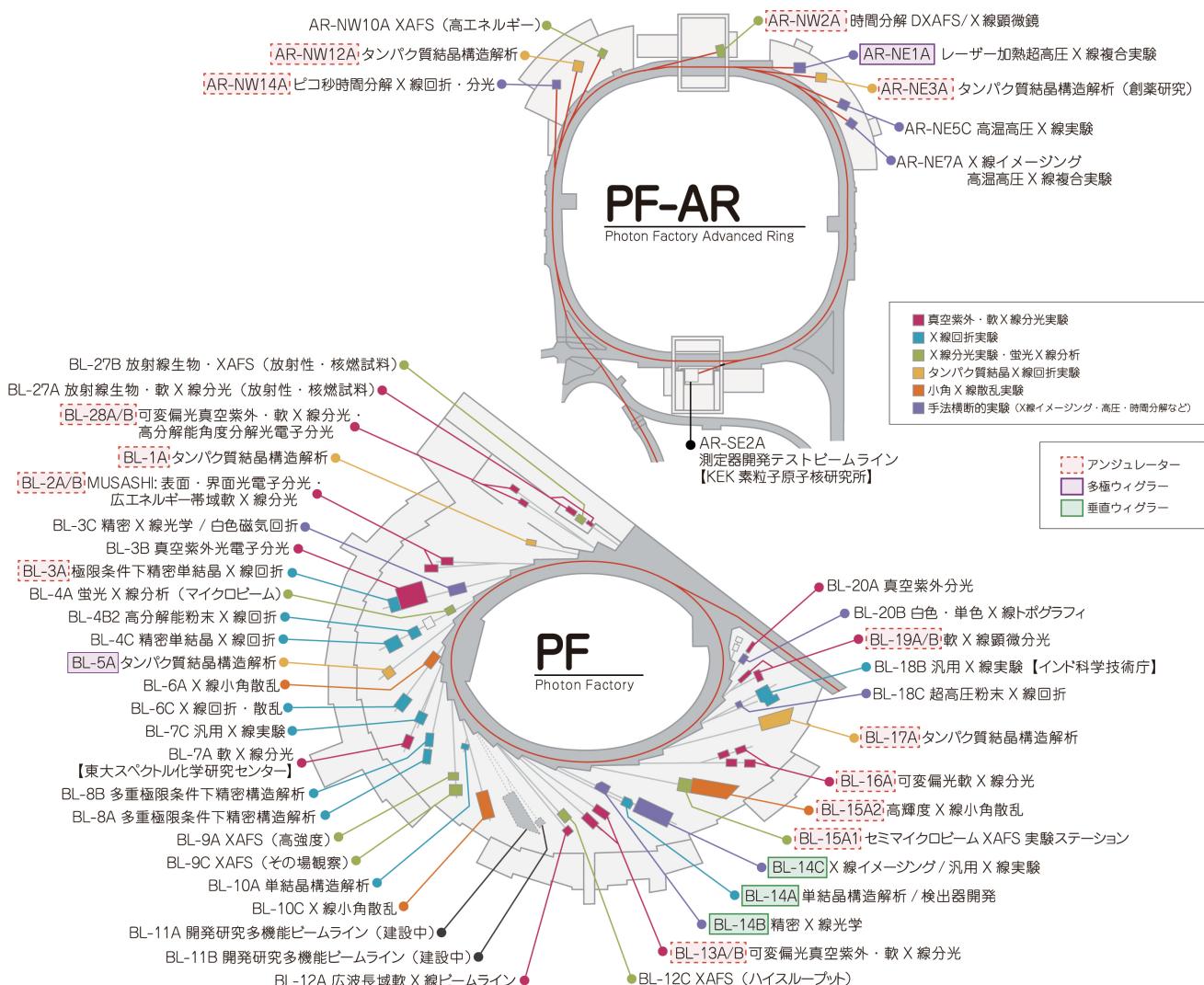


図 PF/PF-AR のビームラインマップ

第1分科

主なサイエンス分野・キーワード：表面科学, 原子分子科学, 構造物性学, 放射線生物学, 材料科学, 地球惑星科学, 環境科学, 電子物性学, 磁性材料学, 触媒化学, 分析化学, 軟X線光学, 医学利用, 検出器開発, 光学素子評価

主な手法：光電子分光, 軟X線吸収分光, 軟X線顕微鏡, 共鳴軟X線散乱, 軟X線反射率, 陽電子回折, ポジトロニウム飛行時間

| BL | 光源 | ステーション名 |
|---------------------|----|--|
| 光電子分光 | | |
| BL-2A/B | U | MUSASHI: 表面・界面光電子分光, 広エネルギー帯域軟X線分光 |
| BL-28A/B | U | 可変偏光 VUV・SX 不等間隔平面回折格子分光器 高分解能角度分解光電子分光実験ステーション |
| BL-3B | BM | 真空紫外光電子分光ステーション |
| BL-13A/B | U | 表面化学研究用真空紫外軟X線分光ステーション |
| 軟X線吸収分光 | | |
| BL-16A | U | 可変偏光軟X線分光ステーション |
| BL-7A (東大・スペクトル) | BM | 軟X線分光 (XAES, XPS) ステーション |
| BL-12A | BM | 広波長域軟X線ビームライン |
| BL-20A | BM | 3m 直入射型分光器 |
| BL-27A | BM | 放射性試料用軟X線実験ステーション |
| 軟X線顕微鏡 | | |
| BL-19A/B | U | 軟X線顕微・分光実験ステーション |

第2分科

主なサイエンス分野・キーワード：固体物理学, 構造物性学, 物質物理学, 電子物性学, 表面科学, 磁性材料学, 物質化学, 材料科学, 地球惑星科学, 検出器開発

主な手法：粉末X線回折, 単結晶X線回折・散乱, 共鳴X線散乱

| BL | 光源 | ステーション名 |
|---------------------|-----|---|
| 回折・散乱 | | |
| BL-3A | SGU | 極限条件下精密単結晶X線回折ステーション |
| BL-4B2 | BM | 多連装粉末X線回折装置 |
| BL-4C | BM | 精密単結晶X線回折ステーション |
| BL-6C | BM | X線回折・散乱ステーション |
| BL-7C | BM | 汎用X線ステーション |
| BL-8A | BM | 多目的極限条件下ワイセンベルグカメラ |
| BL-8B | BM | 多目的極限条件下ワイセンベルグカメラ |
| BL-10A | BM | 単結晶構造解析ステーション |
| BL-14A | VW | 単結晶構造解析／検出器開発ステーション |
| BL-18B (インド DST) | BM | Multipurpose Monochromatic Hard X-ray Station |

第3分科

主なサイエンス分野・キーワード：物質化学, 材料科学, 触媒化学, 地球惑星科学, 環境科学, 磁性材料学, 放射線生物学, 構造物性学, 食品科学, エネルギー科学, 原子力基盤研究

主な手法：硬X線吸収分光, 硬X線顕微鏡, X線反射率

| BL | 光源 | ステーション名 |
|---------------|-----|-------------------------|
| X線吸収分光 | | |
| BL-4A | BM | 蛍光X線分析 / マイクロビーム分析 |
| BL-9A | BM | XAFS（高強度）ステーション |
| BL-9C | BM | XAFS（その場観察）ステーション |
| BL-12C | BM | XAFS（ハイスループット）ステーション |
| BL-15A1 | SGU | XAFS（セミマイクロビーム）実験ステーション |
| BL-27B | BM | 放射性試料用X線実験ステーション |
| AR-NW2A | U | 時間分解DXAFS／X線顕微鏡 |
| AR-NW10A | BM | XAFS（高エネルギー）ステーション |

第4分科

主なサイエンス分野・キーワード：構造生物学, 生物物理学, 生化学, 創薬科学, 分子生物学, 農芸化学, 無機/有機化学, ナノ構造科学, 放射線物理化学

主な手法：タンパク質結晶X線回折

| BL | 光源 | ステーション名 |
|------------------|-----|-------------------|
| タンパク質結晶解析 | | |
| BL-1A | SGU | タンパク質結晶構造解析ステーション |
| BL-5A | MPW | タンパク質結晶構造解析ステーション |
| BL-17A | SGU | タンパク質結晶構造解析ステーション |
| AR-NE3A | U | タンパク質結晶構造解析ステーション |
| AR-NW12A | U | タンパク質結晶構造解析ステーション |

第5分科

主なサイエンス分野・キーワード：高分子科学, 繊維科学, 脂質科学, 液晶科学, 材料科学, 食品科学, 無機/有機化学, ナノ構造科学, 構造生物学, 生物物理学, 生化学, 分子生物学

主な手法：小角X線散乱

| BL | 光源 | ステーション名 |
|-------------|-----|-------------------|
| 小角散乱 | | |
| BL-6A | BM | X線小角散乱ステーション |
| BL-10C | BM | X線小角散乱ステーション |
| BL-15A2 | SGU | 高輝度X線小角散乱実験ステーション |

第6分科

主なサイエンス分野・キーワード：高压科学, 構造物性学, 地球惑星科学, 電子物性学, 物質化学, 材料科学, X線光学, 医学利用

主な手法：高压環境下計測, 核共鳴散乱, X線トポグラフィー, X線吸収・位相イメージング, CT, 時間分解計測

| BL | 光源 | ステーション名 |
|--------------------|------|---------------------------------|
| 高压 | | |
| BL-18C | BM | 超高压粉末X線回折計 |
| AR-NE1A | EMPW | レーザー加熱超高压実験ステーション |
| AR-NE5C | BM | 高温高压実験ステーション/MAX80 |
| AR-NE7A | BM | X線イメージングおよび高温高压実験ステーション/MAX-III |
| 超高速時間分解 | | |
| AR-NW14A | U | ピコ秒時間分解X線回折・散乱・分光 |
| X線光学・イメージング | | |
| BL-3C | BM | X線光学素子評価／白色磁気回折ステーション |
| BL-14B | VW | 精密X線光学ステーション |
| BL-14C | VW | X線イメージングおよび汎用X線実験ステーション |
| BL-20B | BM | 白色・単色X線トポグラフィ / X線回折実験ステーション |
| AR-NE7A | BM | X線イメージングおよび高温高压実験ステーション |

光源の種別

BM：偏向電磁石 通常の放射光

U：アンジュレーター 真空紫外線・軟X線領域の高輝度光が利用できる

SGU：短周期アンジュレーター X線領域の高輝度光が利用できる

(E)MPW：(楕円)多極ウェイグラー X線領域の高輝度光が利用できる

VW：垂直ウェイグラー 縦偏光で高エネルギー(短波長) X線が利用できる

BL-2A/B MUSASHI：表面・界面光電子分光、広エネルギー帯域軟X線分光

大東 琢治、小澤 健一

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-2 MUSASHI (Multiple Undulator beamline for Spectroscopic Analysis of Surface and HeteroInterface) は、真空紫外光用と軟X線用の2台のアンジュレータをタンデム配置して排他的に利用することにより、同一のポートで35~2,000 eV の広範囲に渡って高エネルギー分解能かつ高フラックスな放射光ビームを供給できるビームラインである。

BL-2A ブランチにはエンドステーションとして *in situ* 角度分解光電子分光 (ARPES) 装置が常設されており、レーザー分子線エピタキシー法等で作製した酸化物薄膜表面やヘテロ界面に対して、偏光可変真空紫外光を用いた ARPES や、軟X線を用いた内殻光電子分光 (XPS)、共鳴光電子分光等の様々な表面・界面光電子分光測定を同一試料で行うことが可能である。

BL-2B ブランチでは、通常の斜入射回折格子分光器の他に2結晶分光器を用いることで、更に広いエネルギー範囲の放射光を同一のポートで利用できる。上流側には ARPES 装置が設置されており (BL-2BH)、下流側の集光点はフリーポート (BL-2BF) として、持ち込み装置による共同利用実験が可能である。

2. 整備開発および運用状況

2016 年までに、斜入射回折格子分光器と真空紫外光・軟X線用アンジュレータの調整が終了し、A/B ブランチともに 35 ~ 2,000 eV の範囲において設計通りの放射光ビームを利用することが可能となっている。現在 A/B ブランチとともに、斜入射回折格子分光器からの真空紫外光・軟X線を利用した実験への供用を行っている。

BL-2A ブランチの ARPES 装置は順調に稼働中である。

BL-2B ブランチでは、下流側の BL-2BF において持ち込み装置による共同利用実験を行っているマルチバンチモードでは、デバイスの動作状態での電子状態評価を可能とするオペラント軟X線吸収分光 (XAS) の開発とそれを利用した共同利用実験が主に行われている。ハイブリッドモードでは PF で開発されたパルスセレクターを用いた共同利用実験も行われている。一方、上流側の BL-2BH ポートにおいては ARPES 装置のアナライザを SES2002 から

R4000 (シエンタ オミクロソル) へと交換し、立ち上げを行なってきた。2024 年度は iGONIO マニピュレータを改造し、電圧印可下でのオペラント光電子分光測定を可能とするシステムの整備を進めた。

3. ビームタイム利用状況

BL-2 MUSASHI の共同利用実験としては、特に本ビームラインの他にはない特長である、真空紫外光・軟X線の相互利用や広エネルギー範囲を生かした利用課題を推奨して、ビームタイム配分を行っている。具体的には、以下のような利用目的が挙げられる。

- (1) XPS と真空紫外 ARPES の相互利用による化学結合状態とバンド構造の理解
 - (2) 軟X線 ARPES と真空紫外 ARPES の相互利用によるバルク電子状態と表面電子状態の理解
 - (3) Li から Al までの K 端, 3d 遷移金属 L 端等の XAS 測定による機能性複合材料の全元素選択的電子状態解析
- ユーザー利用としては、BL-2A ブランチの ARPES 装置では、BL-2B と差別化した高エネルギーの軟X線を使用した ARPES 実験がよく実施されている。特に、元素選択的なバンド構造解明のための軟X線共鳴 ARPES 実験の利用が多い。2024 年度の BL-2 における代表的な成果として、下記 3 報を挙げる。

K. Yoshimatsu, H. Nakao, and H. Kumigashira, Phys. Rev. Mater. **8**, 035002 (2024).

R. Hayasaka 他 10 名, APL Mater. **12**, 072222 (2024).

K. Koreishi, T. Soma, H. Kumigashira, and A. Ohtomo, Appl. Phys. Lett. **125**, 152101 (2024).

4. 今後の展望

長く利用を停止していた BL-2B ブランチの 2 結晶分光器の再整備を 2024 年度から本格的に始めた。本分光器は、Si(111)、Ge(111)、InSb(111) の 3 つの結晶で 2000 から 4000 eV までの光をカバーするものである。2025 年度には、最も光強度の大きい Si 結晶での分光光を用いて、XPS 測定と XAS 測定ができるように整備をする予定である。

BL-28A/B：可変偏光 VUV・SX 不等間隔平面回折格子分光器 高分解能角度分解光電子分光実験ステーション

小澤 健一
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-28A/B は可変偏光アンジュレータと不等間隔平面回折格子を用いた可変偏角 Monk-Gillieson 型分光器を備えたビームラインであり、30-300 eV の真空紫外光、軟X線で、左右円偏光、垂直・水平直線偏光を用いた研究が行われている。ビームラインは 2 つのプランチからなり、分岐ミラーの切り替えにより排他的な利用を行っている。BL-28A は高分解能角度分解光電子分光 (ARPES) ビームラインである。2016 年度から 2020 年度にかけて光電子分光アナライザと後置集光鏡の更新を順次進め、マイクロメートルサイズにまで集光したビームを利用した ARPES 測定が可能なシステムとして運用が開始されている。BL-28B ブランチはユーザー装置の持ち込みが可能なフリーポートとしての運用を行っている。

2. 整備開発および運用状況

BL-28A では国際的競争の激しい新物質の電子構造研究において主導権を握ることができるように、高分解能・高精度の ARPES 実験が可能なビームラインとして整備している。経年に伴うビームラインの老朽化があるものの、ARPES 測定の共同利用実験では順調に成果を上げてきた。そのような中で、2016 年度からは偏向電子レンズが備わった新しい ARPES 装置 (Scienta Omicron, DA30) の整備を進め、2019 年度から運用を開始した。さらに 2020 年度には、CREST 「ナノスピニ ARPES によるハイブリッドト

ポロジカル材料創製」の競争的資金を得て、トロイダル集光鏡から Kirkpatrick-Baez (K-B) ミラーに光学系を更新した (図 1)。これにより、これまでのトロイダルミラーの使用で $300 \mu\text{m}$ (H: 水平方向) $\times 200 \mu\text{m}$ (V: 垂直方向) であったスポットサイズを $10 \mu\text{m}$ (H) $\times 12 \mu\text{m}$ (V) にまで集光できるようになり、マイクロビームを使った ARPES 実験 (μ -ARPES 実験) が可能になった [1]。

BL-28B はフリーポートであり、ユーザー装置の持込み利用を想定している。分岐ミラーによる反射でプランチ B に光を導入し、トロイダル鏡を使った集光によりビームサイズ $100 \mu\text{m}$ (H) $\times 40 \mu\text{m}$ (V) の光を供給している。

COVID-19 により大きく進んだリモート化に関しては、BL-28A/B では NoMachine を介した測定環境が整い、2023 年度より運用している。ただし、試料トランシスターなどは現場で行う必要があるため、完全なリモート化はできないのが現状である。

3. ビームタイム利用状況

BL-28A/B の共同利用実験では、本ビームラインの特長である低エネルギー (特に 30-100 eV) で高分解能の偏光可変真空紫外・軟X線放射光を活かした利用課題に重点を置いてビームタイム配分を行っている。本ビームライン、特に BL-28A はフォトンファクトリのビームラインの中でも特に需要が高く、2024 年度は配分可能なビームタイムに対して 1.4 倍 (第 1 期), 1.4 倍 (第 2 期), 3.0 倍 (第 3 期)

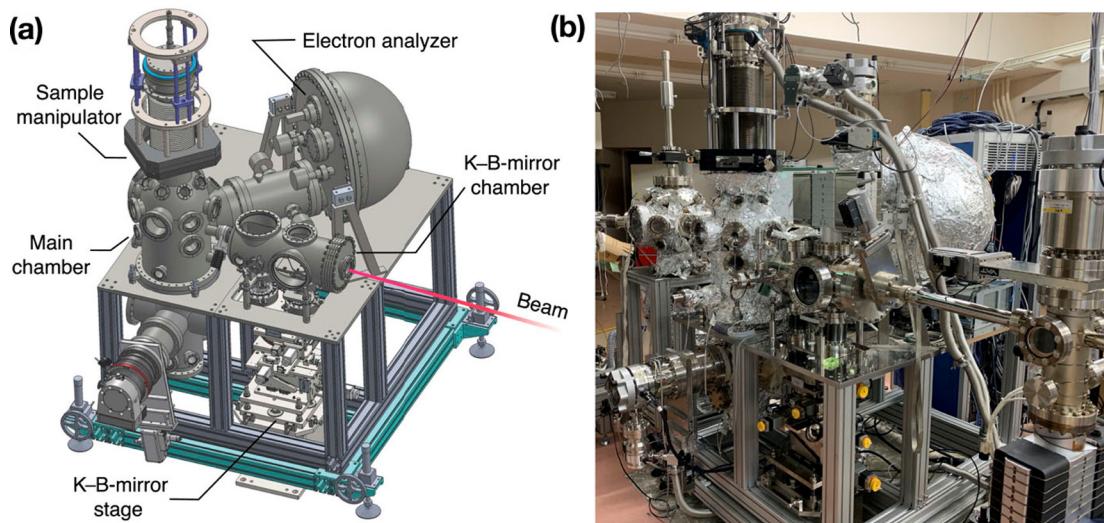


図 1 BL-28A の μ -ARPES 測定システム [1]

のビームタイム希望があった。そのため、希望者全員に十分なビームタイムを配分できない状況であったが、短いビームタイムで効率的に質の良いデータを得る実験が実施されている。

2024年度に発表されたBL-28A/Bを利用した研究成果としては、180度ツイスト2層ReSe₂の電子構造研究[2]、強磁性体(Cr_{0.35}Sb_{0.65})₂Te₃の交換相互作用によるスピン分裂の研究[3]、トポロジカルらせん鎖に由来するエッジ状態の観察[4]、半金属ボロファン層のフェルミ端の研究[5]、カゴメ超伝導体Cs(V_{1-x}Cr_x)₃Sb₅の電荷密度波転移の研究[6]、ホウ化クロム単一微結晶の化学状態評価研究[7]などが挙げられる。

4. 今後の展望

今後もBL-28Aのμ-ARPESシステムを用いて、第3世代放射光源での実験に匹敵するユーザー利用実験を進めて

いく。特に、大きな結晶試料が得られない新規物質群の電子構造解析に、マイクロビームを利用することでいち早く取り組むことが可能なため、プライオリティ競争にも積極的に参加できるだろう。フリーポートであるBL-28B ブランチの利用が徐々に増えており、ユーザーからのリクエストに応えた測定環境整備も逐次進める予定である。

引用文献

- [1] M. Kitamura *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **93**, 033906 (2022).
- [2] S. Akatsuka *et al.*, Phys. Rev. Research **6**, L022048 (2024).
- [3] C. W. Chuang *et al.*, Phys. Rev. B **109**, 195134 (2024).
- [4] K. Nakayama *et al.*, Nature **631**, 54 (2024).
- [5] X. Zhang *et al.*, J. Phys. Chem. Lett. **15**, 9349 (2024).
- [6] S. Suzuki *et al.*, Phys. Rev. B **110**, 165104 (2024).
- [7] Y. Guan *et al.*, Solid State Sci. **161**, 107838 (2025).

BL-3B：真空紫外光電子分光ステーション

櫻井 岳暁¹、前島 尚行²、奥平 幸司³、小澤 健一⁴、吉信 淳⁵

¹筑波大学 数理物質系、²分子科学研究所、³千葉大学 大学院工学研究科、

⁴物質構造科学研究所 放射光実験施設、⁵東京大学 物性研究所

1. 概要

BL-3B は、2015 年度から PF と表面科学ユーザーグループ (UG) との間で結ばれた協定に基づき、UG 運営ステーションとして運営されている。

ベンディングマグネットからの光を利用する BL-3B は、定偏角分光器を主体とする光学系を備え（図 1）[1]、10-300 eV の真空紫外 (VUV) から軟X線 (SX) 領域をカバーするビームラインである（図 2）。エンドステーションには、マイクロチャンネルプレートにより光電子検出感度を高めた VSW 社製 HA54 エネルギー分析器を備えた角度分解光電子分光 (ARPES) 装置—ARPES II—が常設され、固体表面・界面の電子構造解析を目的とした研究が行われている。BL-3B は現在の PF では貴重な 100 eV 以下の VUV 光を利用できるビームラインであり、価電子帯、お

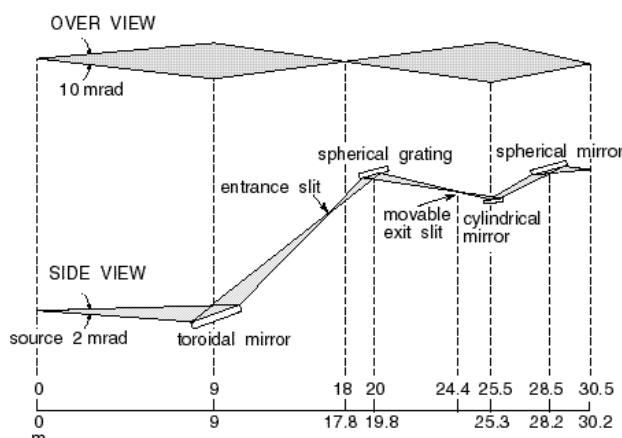


図 1 BL-3B の光学系の概略 [1]

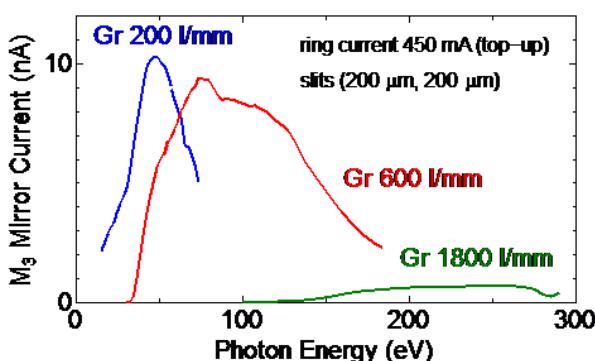


図 2 光強度のエネルギー依存性。3 枚のグレーティングで 10-300 eV をカバーする。

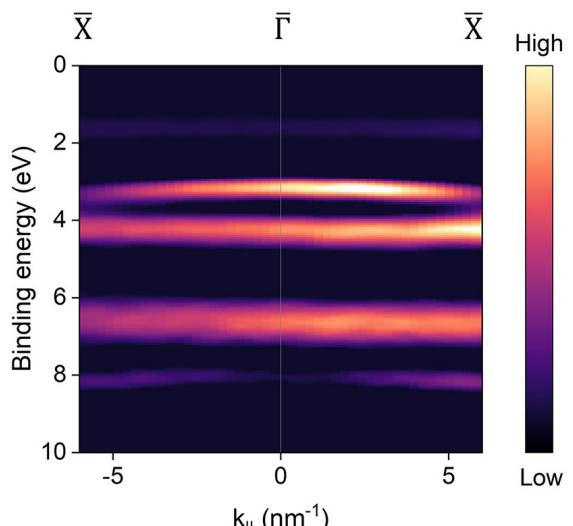
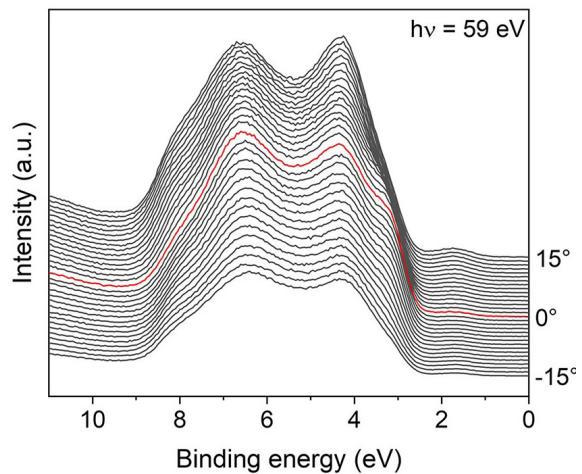


図 3 水分解光触媒 $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ 単結晶薄膜の価電子帯 ARPES スペクトル（上）と二階微分強度をプロットして作成したバンド分散図 [2]。

より深い内殻準位に対して表面敏感な ARPES 測定を高エネルギー分解能で行うことができる（図 3）。ARPES II にはオージェ電子分光器と低速電子回折 (LEED) 光学系が設置されており、固体表面研究に欠かせない表面元素分析や表面結晶方位といった情報も得られるようになっている。

測定試料はロードロックから搬入でき、ロードロックへの試料設置から最短 1 時間で ARPES 測定ができる。測定時に試料は Vacuum Generators 社製の 5 軸 Omniax マニピュレータに設置するが、このマニピュレータには、試料加

熱機構（電子衝撃加熱と通電加熱）と液体窒素冷却機構が備わっており、-100°C から 1200°Cまでの温度制御ができる。ARPES IIには、12時間ベーキングで 10^{-8} Paの超高真空を作れる試料準備槽が接続されており、蒸着鏡の設置等によりユーザーごとに試料作製環境を整えることが可能である。

以上のようなビームラインとエンドステーションの特性を活かし、光触媒材料の電子状態研究（図3）[2, 3]、酸化物表面での2次元電子ガス生成に関する研究[4]、新しい非蒸発ゲッター材料の研究[5]、金属リン化物触媒表面の原子組成と電子構造の相関研究[6]、有機半導体の電子物性研究[7]などが実施され、成果を挙げている。

BL-3Bのユーザーは、48–2000 eVのVUV-SX領域のアンジュレータ光を用いた高分解能光電子分光測定が可能なBL-13BのSES200装置のユーザーである場合が多い。BL-3BのビームタイムはBL-13Bに比べて比較的長く配分されるため、このようなユーザーは、試料調製の最適条件を決めるような時間のかかる実験や、放射光実験の経験が浅い学生の教育を兼ねた実験をBL-3Bで行った上でBL-13Bでの測定に臨むといった使い方をしている。

2. 整備開発および運用状況

ビームラインおよびARPES II装置の保守・整備・運用は、所内光電子分光グループ担当者と協議の上、表面科学UGの代表者および若干名からなる運営ワーキンググループ（以下運営WG）が行っている。運営WGの主な実務は以下の通りである。

- ・施設担当者と協力して分光器、実験装置の維持管理を行う。
- ・ビームタイム配分原案を作成し、施設の確認、修正、承認を得る。
- ・新規ユーザーの教育を行う。

2010年度以降、継続的に行ってきましたビームライン/ARPES II装置の整備開発は以下の通りである。

- (1) 排気系改良によるビームライン最下流チャンバーの超高真空化
- (2) トランスマッパーによる試料搬送機構の設置（2010年1月）
- (3) 試料準備槽の設置（2011年11月）
- (4) 分光器プログラムの更新(STARS利用)（2014年11月）
- (5) Omniaxマニピュレータへの通電加熱システムの設置（2015年8月）
- (6) 試料ロードロックの設置（2016年8月）
- (7) 電子エネルギー分析器(CMA)と試料マニピュレータの衝突防止装置の設置（2017年8月）
- (8) LEED光学装置(OCI Microengineering社製)の更新（2022年4月）

これらの整備開発作業と、装置故障への対処は全て表面科学UGにより行ってきた。

3. ビームタイム利用状況

2024年度は、延べ数でG型課題4件、S型課題2件（S2課題1件で延べ2グループ）の利用があった。この数年はビームタイム利用の件数が漸減し未配分ビームタイムが増えているが、その代わりビームタイムを希望したグループには十分に長いビームタイムを配分できている。そのため、試行錯誤が必要なチャレンジングな測定を実施したり、学生への教育に十分な時間をかけるなど、短時間で測定データを取得するような実験とは一線を画した実験が進められている。

2022年度から加速器科学インターンシップに参加し、本ビームラインでの光電子分光測定の実習を行っている。2023年度の希望者はゼロであったが、2024年度は2件、3名の受講者がおり、高配向性熱分解グラファイト(HOPG)の角度分解光電子分光測定による価電子バンド構造の測定を行った。

4. 今後の展望

BL-3BとARPES II装置は、ともに運用開始からかなりの時間が経過した非常に古い装置であり、老朽化に伴う様々な不具合が頻発してきた。そのため、現状の性能を維持することが最優先となっている。一方で、ユーザーの要望に応えて試料調製のような利用環境の整備を随時進めている。今後も、この方針に沿って運用する予定である。また、2025年度も加速器科学インターンシップに参加する予定である。

引用文献

- [1] A. Yagishita, T. Hayaishi, T. Kikuchi, and E. Shigemasa, Nucl. Instrm. Methods Phys. Res. A **306**, 578 (1991).
- [2] J. Liu, K. Ozawa, N. Uezono, A. A. Pawar, S. Suzuki, A. Traoré, M. M. Islam, K. Mase, and T. Sakurai, J. Phys. Chem. C **127**, 11195 (2023).
- [3] L. G. Oktariza, Y. Sato, S. Gofurov, K. Ozawa, M. M. Islam, S. Ikeda, and T. Sakurai, Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 02SP41 (2024).
- [4] K. Ozawa and K. Mase, e-J. Surf. Sci. Nanotechnol. **18**, 41 (2020).
- [5] T. Miyazawa, M. Kurihara, S. Ohno, T. Kikuchi, and K. Mase, AIP Conf. Proc. **2054**, 060045 (2019).
- [6] Y. Sugizaki, Y. Shimato, T. Yoshida, R. Sugimoto, N. Maejima, and K. Edamoto, Jpn. J. Appl. Phys. **58**, SIIIC02 (2019).
- [7] A. L. Foggia, H. Suga, Y. Takeichi, K. Ono, Y. Takahashi, K. Kutsukake, T. Ueba, S. Kera, and T. Sakurai, Jan. J. Appl. Phys. **58**, SBBG06 (2019).

BL-13A/B：表面化学研究用真空紫外軟X線分光ステーション

間瀬 一彦、小澤 健一、豊島 章雄、菊地 貴司、田中 宏和
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

可変偏光真空紫外・軟X線分光ステーション BL-13A/B の目的是角度分解紫外光電子分光、内殻光電子分光、軟X線吸収分光などを用いて表面化学および有機薄膜、物質科学研究等を推進することである。本ステーションはAPPLE-II型可変偏光アンジュレータと不等刻線間隔平面回折格子を用いた斜入射分光器 [1-3] を備えており、48~2,000 eV の水平直線偏光、102~2,000 eV の垂直直線偏光、74~700 eV の左右円偏光、59~2,000 eV の左右楕円偏光を利用できる。本ステーションの配置図を図1に示す。振り分け鏡を抜いた状態で13Aが使用でき、振り分け鏡を入れると13Bが使用できる。振り分け鏡はAu、Ni、Crの金属コート面で構成されており、Niコート面、Crコート面を利用すると効率よく高次光を除去できる [4]。13Aの第一焦点位置には2018年度第1期までユーザー持込みのコンパクト走査型透過X線顕微鏡(cSTXM) [5,6] が設置されていたが、2018年夏にBL-19Aに移動した。cSTXM移動後の13A第一焦点位置は軟X線発光分光、軟X線散乱、大気圧軟X線吸収分光、軟X線小角散乱、軟X線時間分解測定などのユーザー持ち込み装置用のスペースとして利用している。一方、13Bの第一焦点位置には光電子分光装置(SES200、Gamma/Scientia、図2)が常設され、高分解能角度分解光電子分光、高分解能内殻光電子分光、高分解能軟X線吸収分光が行われている [7]。13Bの第二焦点位置にはユーザー持込みの準大気圧X線光電子分光装置(AP-XPS)が設置されていて、金属触媒表面上での化学反応の研究などが行われている [8]。さらに、第一焦点と第二焦点の中間位置には低温領域でも試料温度を精密に制御できるユーザー持込みの光電子分光装置(Phoibos100、SPECS)が設置されており、表面上に吸着した分子の化学状態等の研究が行われている [9]。

2. 整備開発および運用状況

2014年2月にBL-13用挿入光源としてAPPLE-II型可変偏光アンジュレータが導入されたことに伴い、放射線遮蔽

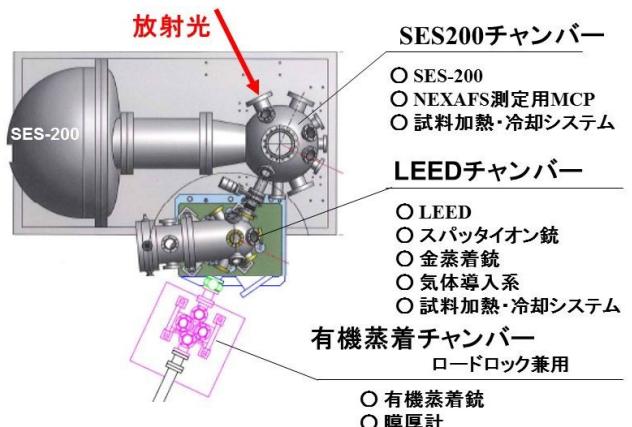


図2 光電子分光装置(SES200, Gamma/Scientia)の構成

を増強とともに、出射スリットを最適位置に移動して、ビームラインの再調整を行った。その結果、水平直線偏光、光エネルギー401 eV、光強度 2.3×10^{11} 光子/秒において最高分解能 $E/\Delta E=10,000$ を達成するとともに、50 eV以上の光強度を1桁程度改善した(図3)。また、13Aの第一焦点位置でのスポットサイズは(水平)220 μm × (垂直)49 μmであった。酸素を導入しながら非分光光を照射して振分け鏡のCrコート面の炭素汚染を除去することにより、炭素K吸収端領域において13Bに高次光の少ない高強度の光を供給できるようにした[4]。また、年数回ユーザーに協力してもらってSES200光電子分光装置の保守を行ない安定して使用できる状況を維持している。2020年度夏には高精度xyzθステージを導入した[10]。また、BL-13Bの後置鏡チャンバーに2 m:0.8 mのトロイダルミラーを設置し、このミラーの焦点位置にSES200光電子分光装置を移動して、低温冷却機構と面内回転機構、傾き調整機構を備えたゴニオメーターを導入した。2021年度にはBL-13Bの第一焦点位置での放射光スポットサイズを約80 μm(水平) × 15 μm(垂直)まで縮小するとともに、高精度xyzθステージと、面内回転機構、傾き調整機構を備えたゴニオ

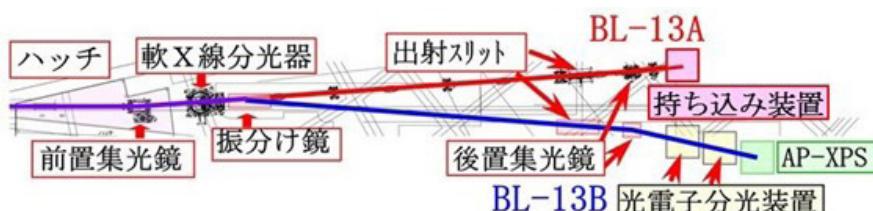


図1 BL-13A/Bの配置図

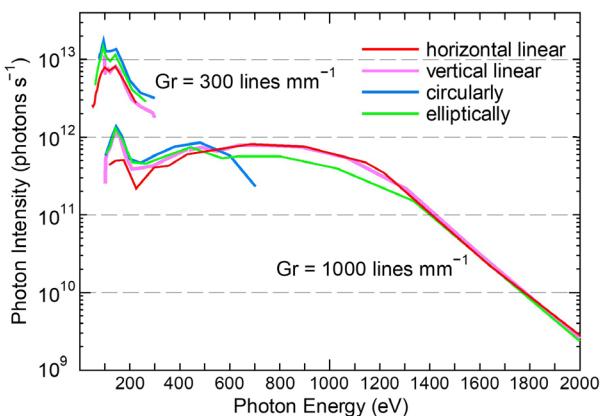


図3 BL-13Aにおける光強度の光エネルギー依存性。赤は水平直線偏光、ピンクは垂直直線偏光、青は円偏光、緑は楕円偏光。Grは回折格子を表す。

メーターを活用してマイクロ光電子分光、マイクロ軟X線吸収分光、マイクロ角度分解光電子分光測定を開始し、現在も順調に運用されている [11, 12]。

3. ビームタイム利用状況

2024年度の装置別、期別ビームタイム配分結果を表1に示す。有償利用、評点の高い課題を優先するとともに、13Aと13Bを交互に使用することで、試料作製、装置調整時間を確保し効率よく実験できるように配分した。また、産業利用としては、一般施設利用ビームタイムとして第1期0時間、第2期3時間、第3期0時間の合計3時間を配分した。

4. 今後の展望

2014年に可変偏光アンジュレータを導入した結果、世界的な競争力が増してユーザーと課題、有償利用が増え、質の高い研究と人材育成ができるようになった。2021年度にはマイクロ光電子分光、マイクロ軟X線吸収分光、マイクロ角度分解光電子分光測定を開始し、また試料を液体ヘリウムで20 Kまで冷却して測定できるようになり、これまで以上に競争力の高い研究を行える環境を整えた。今

後は既存の装置を改良しつつ新規ユーザーを開拓とともに、持ち込み装置を用いた興味深い研究に取り組むユーザーを呼び込む。また、学会等で本ビームラインの研究成果を報告し、民間研究者の利用を呼びかけるなどして産業利用を促進する。

引用文献

- [1] K. Amemiya and T. Ohta, J. Synchrotron Rad. **11**, 171 (2004).
- [2] K. Mase, A. Toyoshima, T. Kikuchi, H. Tanaka, K. Amemiya and K. Ito, AIP conference proceedings **1234**, 703 (2010).
- [3] A. Toyoshima, H. Tanaka, T. Kikuchi, K. Amemiya and K. Mase, J. Vac. Soc. Jpn. **54**, 580 (2011).
- [4] A. Toyoshima, T. Kikuchi, H. Tanaka, K. Mase and K. Amemiya, J. Synchrotron Rad. **22**, 1359 (2015).
- [5] Y. Takeichi, N. Inami, H. Suga, K. Ono and Y. Takahashi, Chem. Lett. **43**, 373 (2014).
- [6] Y. Takeichi, N. Inami, H. Suga, C. Miyamoto, T. Ueno, K. Mase, Y. Takahashi and K. Ono, Rev. Sci. Instrum. **87**, 013704 (2016).
- [7] A. Toyoshima, T. Kikuchi, H. Tanaka, K. Mase, K. Amemiya and K. Ozawa, J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 152019 (2013).
- [8] R. Toyoshima, M. Yoshida, Y. Monya, Y. Kousa, K. Suzuki, H. Abe, B. Mun, K. Mase, K. Amemiya and H. Kondoh, J. Phys. Chem. C **116**, 18691 (2012).
- [9] S. Shimizu, H. Noritake, T. Koitaya, K. Mukai, S. Yoshimoto and J. Yoshinobu, Surf. Sci. **608**, 220 (2013).
- [10] Y. Aiura, K. Ozawa, K. Mase, M. Minohara and S. Suzuki, J. Synchrotron Rad. **27**, 923 (2020).
- [11] K. Ozawa, Y. Aiura, D. Wakabayashi, H. Tanaka, T. Kikuchi, A. Toyoshima and K. Mase, J. Synchrotron Rad. **29**, 400 (2022).
- [12] Y. Aiura, K. Ozawa and M. Minohara, Measurement **217**, 112866 (2023).

表1 2024年度の装置別、期別ビームタイム配分結果。産業利用促進用留保ビームタイムの再配分も含む。単位は日。

| | 調整 | SES200 | Phoibos 100 | AP-XPS | 軟X線発光 | 軟X線散乱 | 大気圧軟X線吸収 | 軟X線小角散乱 | 軟X線時間分解計測、溶液軟X線吸収 | 光学素子評価 | 合計 |
|-----|------|--------|-------------|--------|-------|-------|----------|---------|-------------------|--------|--------|
| 第1期 | 0.5 | 33.84 | 0 | 3.5 | 11.5 | 0 | 5 | 2.5 | 10.5 | 0 | 67.33 |
| 第2期 | 0.88 | 31.96 | 0 | 11 | 14.5 | 0 | 6 | 1.5 | 6.5 | 0 | 72.33 |
| 第3期 | 0 | 6.17 | 0 | 7 | 3.5 | 0 | 4 | 0 | 0 | 0 | 20.67 |
| 合計 | 1.38 | 72 | 0 | 21.5 | 29.5 | 0 | 15 | 4 | 17 | 0 | 160.33 |
| 割合 | 0.9% | 44.9% | 0% | 13.4% | 18.4% | 0% | 9.4% | 2.5% | 10.6% | 0% | 100% |

BL-16A：可変偏光軟X線分光ステーション

雨宮 健太

物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

APPLE-II型アンジュレータを光源とし、円偏光、垂直・水平直線偏光など、軟X線領域の各種偏光が利用できるビームラインである。2台のタンデム配置アンジュレータとキッカーモード石を組み合わせることで10 Hzの偏光スイッチングが可能である[1]。不等刻線間隔平面回折格子を用いた斜入射分光器により、250-1500 eV程度の単色軟X線を利用することができる[2]。また、高いフラックスや偏光スイッチングを活かした先端的な測定手法の開発にも力を入れている[3-7]。ビームラインとして管理・運用している装置（1.2T-XMCD、5T-XMCD、深さ分解XAS/XMCD、および波長分散型XAS）は、いずれもX線吸収分光法（XAS）に関するものであり、C、N、Oなどの軽元素のXASに加えて、Fe、Co、Niなどの3d遷移金属のL吸収端および希土類金属のM吸収端における磁気円二色性（MCD）や磁気線二色性（MLD）の測定を行うことができる。これらのうち1.2T-XMCDと5T-XMCDは常設装置で、その他に持ち込み装置等のためのフリーポートが準備されている（図1）。

2. 整備開発および運用状況

ビームライン担当者として整備・運用している装置の状況は以下の通りである。

• 1.2T-XMCDおよび5T-XMCD装置

引き続き、多くのユーザーによる利用実験に供されている。5T-XMCD装置については、連続的に磁場掃引をしながらヒステリシス曲線の測定を行うモードも整備されている。入射角を含めた試料（もしくはビーム）位置および磁場の値は外部から制御できるようになっており、これらの値を次々に変えながら自動的に測定を行うことも可能である。

• 萤光収量深さ分解XAS（XMCD）装置

軟X線CCDカメラを用いた萤光収量法による深さ分解XAS（XMCD）測定[4,5]が可能である。また、1.2T-XMCD装置に軟X線CCDカメラを取り付け、0-1.2 Tの任意の磁場中での深さ分解XMCD測定を行うことができる。

• 波長分散型XAS装置

上下方向に波長分散した（位置によって波長の異なる）軟X線を試料に照射し、それぞれの位置における軟X線吸収強度に比例して放出される萤光X線を位置分解して検出すことにより、10-20 eV程度の範囲の軟X線吸収スペクトルを一度に測定できる[6]。これを用いて、3-10秒程度の時間分解能で、最大10,000 Pa程度のガス中での表面化学反応[8]や固液界面における電気化学反応[9]のリアルタイム観察を行っている。

3. ビームタイム利用状況

2024年度のビームタイム配分率は、69%（第1期）、64%（第2期）、38%（第3期）であった。なお、いずれの期も産業利用促進運転を含むため、留保ビームタイムをユーザー利用に開放した後の実質的な配分率は、もう少し高くなる。S2型課題を始め、評点の高い課題が複数あるため、それらの研究のアクティビティを確保しつつ、過度のビームタイム集中を防ぐ意味から、比較的評点の高い課題に対して必要十分なビームタイムを確保した上で、比較的評点の低い課題に対しては、希望の1/2から1/3程度のビームタイムを、運転時間の許す範囲で評点順に配分した。また、2つのブランチに複数の装置が設置されている利点を活かし、一方で測定をしている間に他方で準備作業ができるように配分を工夫した。

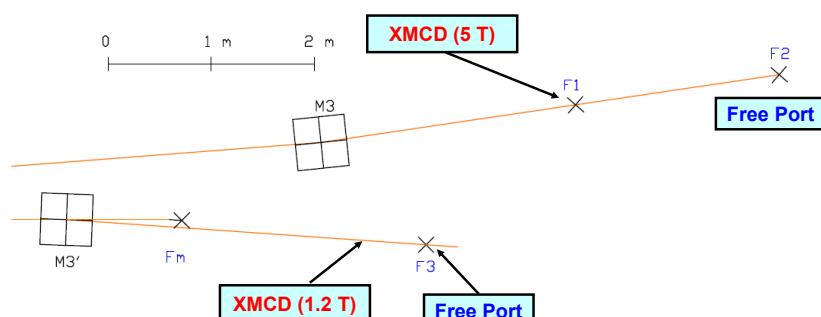


図1 BL-16Aにおける実験装置の配置

4. 今後の展望

BL-2A/B や BL-13A/B、BL-19A/B など、偏光可変の軟X線ビームラインが相次いで稼働したが、偏光スイッチングが行えるのは BL-16A のみである。偏光スイッチングは、時間とともに変化する試料や、バックグラウンドが安定しない測定に対して特に有効なので、波長分散 XAS 法と垂直・水平偏光のスイッチングを組み合わせた表面化学反応中の配向変化のその場観察 [3,7] など、BL-16A ならではの手法の開発を進める予定である。一方、様々な XMCD 測定が行える実験装置が整備されている強みを活かし、多くのユーザーが簡便に磁性試料の測定を行い、多くの成果を挙げられる環境を維持していく。また、偏光スイッチングが不要な実験については、他の軟X線ビームラインとの間で柔軟にビームタイムの調整を行い、特定のビームラインに負担が集中しないように工夫したい。

引用文献

- [1] K. Amemiya, M. Sakamaki, T. Koide, K. Ito, K. Tsuchiya, K. Harada, T. Aoto, T. Shioya, T. Obina, S. Yamamoto and Y. Kobayashi, J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 152015 (2013).
- [2] K. Amemiya, A. Toyoshima, T. Kikuchi, T. Kosuge, K. Nigorikawa, R. Sumii and K. Ito, AIP Conf. Proc. **1234**, 295 (2010).
- [3] K. Amemiya, M. Sakamaki, S. Nakamoto, M. Yoshida, K. Suzuki, H. Kondoh, T. Koide, K. Ito, K. Tsuchiya, K. Harada, H. Sasaki, T. Aoto, T. Shioya, T. Obina, S. Yamamoto and Y. Kobayashi, Appl. Phys. Lett. **101**, 161601 (2012).
- [4] M. Sakamaki and K. Amemiya, Rev. Sci. Instrum. **88**, 083901(2017).
- [5] M. Sakamaki and K. Amemiya, Phys. Chem. Chem. Phys. **20**, 20004 (2018).
- [6] K. Amemiya, K. Sakata and M. Suzuki-Sakamaki, Rev. Sci. Instrum. **91**, 093104 (2020).
- [7] K. Amemiya and K. Sakata, Rev. Sci. Instrum. **94**, 123906 (2023).
- [8] K. Sakata and K. Amemiya, J. Phys. Chem. Lett. **13**, 9573 (2022).
- [9] K. Sakata and K. Amemiya, Electrochim. Commun. **157**, 107627 (2023).

BL-7A：軟X線分光（XAFS, XPS）ステーション

雨宮 健太

物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

本ビームラインは東京大学大学院理学系研究科附属スペクトル化学研究センター所属であるが、運営はPFの一般的なビームラインと同様に行っており、雨宮が担当している。偏向電磁石を光源とし、不等刻線間隔平面回折格子を用いた斜入射分光器により、50-1300 eV の単色軟X線を利用することができる [1]。炭素、窒素、酸素など軽元素のK吸収端、鉄、コバルト、ニッケルなど3d遷移金属のL吸収端におけるX線吸収分光法（XAS）、X線磁気円二色性（XMCD）、および各種元素の内殻光電子分光（XPS）を行うことを主な目的としており、特に炭素K吸収端においても光強度が極端には減少しないことが特長である。偏光としては水平直線偏光の他に、電子軌道面から0.4 mrad程度上または下の光を取り込むことで橢円偏光を利用することができる。

2. 整備開発および運用状況

基本的にはすでに完成したビームラインであるため、光学系については現状を維持するための整備のみを行っている。焦点位置は一つだけであるが、その0.7 m程度上流に常伝導電磁石を用いたXMCD測定装置（東京大学所有）を常設し、下流の装置を必要に応じて入れ替えて実験を行っている。ビームラインとして管理・運用している実験装置は、上流のXMCD測定装置と、下流の小型深さ分解XAS装置である。その他のユーザー持込み装置等は、下流のポートで受け入れている。試料マニピュレータは一部モーター駆動となっており、XMCD測定装置では上下方向、小型深さ分解XAS装置の上下と左右両方の位置を、ビームラインの測定用PCから制御できるようになっている。また、試料位置を次々に変えながらの自動測定も行える。なお、小型深さ分解XAS装置では、電子収量、蛍光収量、深さ分解の3モード同時XAS測定が可能である。2024年度冬のシャットダウン中に高次光除去ミラー（Mc）の再蒸着を行い、表面の汚染によって低下していた炭素K吸収端の光強度をある程度回復させた。

3. ビームタイム利用状況

2024年度のビームタイム配分率は、100%（第1期）、100%（第2期）、79%（第3期）であった。なお、いずれの期も産業利用促進運転を含むため、留保ビームタイムをユーザー利用に開放した後の実質的な配分率は、もう少し高くなる。配分率が100%に満たない第3期については、評点が高い課題を優先しながら、原則として利用を希望するユーザー全員にビームタイムを配分した。また、上流に

XMCD測定装置が常設されていて、そのまま下流にビームを抜くことができるため、上流で測定をしている間に下流で準備作業ができるように、配分を工夫した。

4. 今後の展望

ビームライン自体は特に改造等は予定していない。2024年度には、カバーするエネルギー領域が重なっているBL-12Aが共同利用を開始したため、今後はBL-7Aを含めた複数の偏向電磁石ビームラインでユーザーを受け入れることができる。BL-12Aは二結晶分光領域も含めた広いエネルギー範囲をカバーするビームラインなので、その特色を活かした実験を優先し、1300 eV以下ののみを必要とする実験はBL-7Aで行うなどの使い分けも有効であろう。また、BL-7Aと同程度のエネルギー領域をカバーするアンジュレータビームラインとして、BL-2A/B、BL-13A/B、BL-16A、BL-19A/Bがあるので、それらとうまく使い分けていくことも有効であると考えている。特に最近、BL-7Aで予備的（開発的）な実験を行い、目途が立ったところでBL-2A/BやBL-16Aで本実験をして結果を出すというケースが増えてきており、引き続きこのような使い方を推進していきたい。ただし、光電子分光については、通常の測定であればアンジュレータビームラインの方が圧倒的に質の良いデータが短時間で得られるので、ユーザー持ち込み装置などを用いた特殊な実験のみを行うようにしていきたい。一方、吸収分光については、特に炭素、窒素、酸素のような比較的低いエネルギーに吸収端をもつ元素の場合、高いエネルギー分解能やフラックスを必要としない試料ならば、アンジュレータビームラインと遜色ないデータが得られるので、むやみにアンジュレータビームラインを利用せずに、BL-7Aでできる実験はBL-7Aで行うようにビームタイムをアレンジしていく予定である。

引用文献

- [1] K. Amemiya, H. Kondoh, T. Yokoyama and T. Ohta, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. **124**, 151 (2002).

BL-12A：広波長域軟X線ビームライン

大東 琢治
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-12A は偏光電磁石を光源として、MOS ミラーの脱挿入によって分岐する 2 つのパス（S パス、T パス）にそれぞれ備えられている異なる分光器で分光を行い、M4S ミラーの脱挿入によって最終的に焦点位置を一致させることで、同一の試料位置で広い波長帯域を利用可能とするビームラインである（図 1）。低エネルギー用の S パスには不等間隔回折格子分光器が設置され、80 ~ 2,000 eV が利用可能である。一方、高エネルギー用の T パスには 2 結晶分光器が設置されており、InSb(111) 結晶を用いることで 1,750 ~ 2,000 eV、Si(111) 結晶で 2,000 ~ 5,000 eV が利用可能である。よって、パスを切り替えることによって 80 ~ 5,000 eV が利用可能となるビームラインである。基本的には、フリーポートにユーザー持ち込みの装置を接続しての利用となるが、パス共通部の途中に常設の X 線反射率計が設置されている。

2. 整備開発および運用状況

2024 年 11 月にビームラインのコミッショニングを終えて、共同利用を開始した。現在、T パスの 2 結晶分光器は Si(111) 結晶のみが利用可能であり、2,000 eV までは S パスの利用を推奨している。ビームサイズ H × V は S パスで $0.7 \times 0.75 \text{ mm}^2$ （フリーポート位置） $0.518 \times 0.077 \text{ mm}^2$ （X 線反射率計位置）、T パス（Si(111) 結晶）で $0.9 \times 1.9 \text{ mm}^2$ である。パス変更時のビーム位置のずれは、~100 μm 程度である。

度である。

BL-12A の光軸の高さは PF の他の一般的なビームラインと異なり、床面から 1,600 mm である。一般的な設計の装置をこの光軸に合わせるため、焦点位置付近に 1400 × 2200 × 400 (H) mm の架台を設置している。

軟 X 線吸収分光用の汎用チャンバーが随時利用可能であり、全電子収量法と蛍光 X 線収量法で測定ができる。

3. ビームタイム利用状況

現在、33% のユーザーが測定装置を持ち込み、44% が汎用軟 X 線吸収分光用チャンバーを、22% が X 線反射率計を利用している。パスの利用については、約 24% のユーザーが S パスと T パス両方の利用を希望している。ユーザー自身の手によるパス変更を可能にするよう計画しており（追記：2025 年第 2 期運転より実施）、今後、BL-12A の特徴である広い波長域を利用するユーザーは増加するものと見込まれる。

4. 今後の展望

特に X 線反射率計のユーザーより、100 eV を利用した際の高次光の多さが指摘されている。今後、S パスにおいて広いエネルギー帯域での高次光の評価を行い、高次光カット用の Mw ミラーのコミッショニングを含めた高次光対策を行って行く予定である。また S パスをより低エネルギー（50 eV ~）で利用するため、新しい回折格子の導入を検討している。

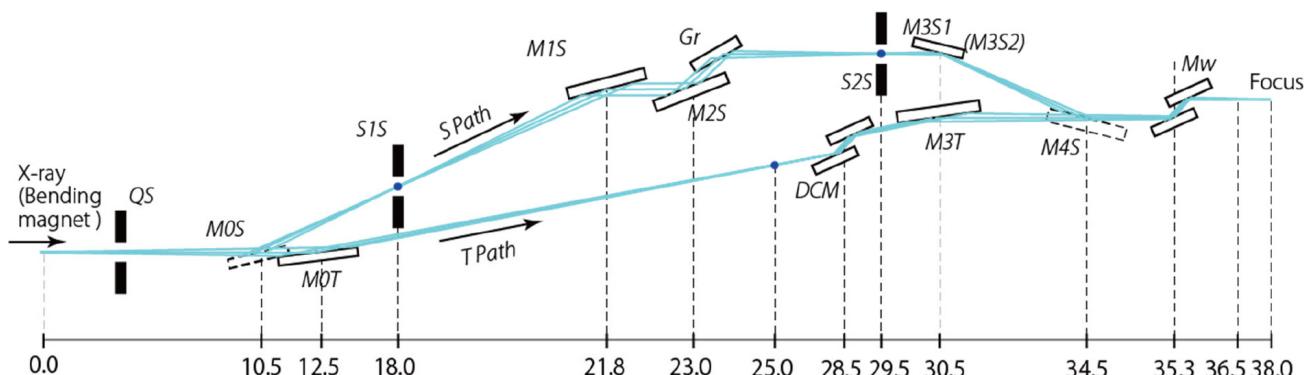


図 1 BL-12A 光学系概略図

BL-20A : 3 m 直入射型分光器

北島 昌史¹、足立 純一²、菊地 貴司²

¹ 東京工業大学 理学院、² 物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-20A は、偏向電磁石部からの放射光を直入射分光器で分光し、エネルギー 6 eV から 40 eV の比較的強い光を供給できるフリーポートのビームラインであり、30 eV 以下の放射光がフリーポート利用できる、PF で唯一のビームラインである。フリーポート端には、全ての持ち込み装置で使用可能な差動排気システムが設置されており、様々な気体試料を安心して（ビームライン上流部へ与える影響を心配することなく）、使用できるようになっている。本ビームラインで有効な光エネルギー領域は分光学的な研究分野では非常に重要であり、現在も様々な唯一無二の研究の光源として活用されている。

なお、本ビームラインは 2024 年度より UG 運営ビームラインとして原子分子科学 UG が運営に参画している。これまでには、2009 年 4 月に物質構造科学研究所放射光科学研究施設（当時）と東京工業大学理工学研究科（理系）化学専攻（当時）との間で交わした放射光科学の教育・研究推進についての合意書及び付随する覚書に基づき、教育用ビームラインとして 3 年ごとの評価を受けながら 2023 年度まで継続してきた。この間、大学等運営ステーションとして、東京工業大学理学院化学系北島研究室がその運営に参画してきた。

2. 整備開発および運用状況

BL-20A は、フリーポートビームラインであり、常置の実験装置は準備されていない。このため、各ユーザーが独自の実験装置を持ち込んで使用している。これまでに、原子分子科学 UG のみならず多くのユーザーがユニークな実験装置を本ステーションに持ち込み共同利用実験に活用してきた。これらの共同利用実験においては、BL-20A を舞台に装置開発が進められた例も多く、フリーポートである本ステーションの活用の大きな特色となっている。分光器の保守は所内スタッフが対応し、原子分子科学 UG が協力して運営を行なっている。また、真空立ち上げ作業は、業務委託スタッフの支援により行われている。

2024 年度は、ビームライン下流のポート部に光イオン検出器を設置し、ユーザーが装置を持ち込むことなく光イオン収量スペクトルを測定できるようにした。また、前年度より BL-20A を利用して、従来よりも広い波長範囲で利用できる新型の原子蛍光偏光計の開発が行われており、この開発に基づいて BL-20A の詳細な偏光特性が公表された [1]。

なお、近年、高精度実験を希望するユーザーの増加に伴い、ユーザー装置を載せるステージの剛性不足やビームラ

インの微小振動が指摘されており、ステージからの放射光の高さが他のビームラインより高い問題と合わせて対策について検討している。

また、2019 年度より代替機で運用している、BL-20A 分光器の制御・DAQ 系の回路クレートの更新は、引き続き検討事項のままとなっている。BL-20A の分光器の外部制御およびユーザー持ち込み装置との協調制御についても継続的に検討を行なっている。

3. ビームタイム利用状況

ビームラインとしては大きなトラブルも無く、各ユーザーの共同利用実験が順調に進められた。これまでからの課題の多くがビームライン使用を継続・拡大しており、活発に研究が行われている。ビームタイムの配分は原子分子科学 UG および東京科学大学の北島研究室が担当した。ビームタイムは、ユーザーからの希望と課題の評点を基に決めた。自前の装置を持ち込むユーザーが比較的多いので、装置の入れ替えの頻度ができるだけ少くなるように配慮した。また、ユーザーの切り替え日をマシンスタディーの前日に設定するなどの工夫をした。これにより、マシンスタディーの時間を真空引きなどの準備に当てることができ、ビームタイムの有効利用に資することができた。

4. 今後の展望

BL-20A は、PF で比較的高分解能の VUV 光を安定して供給できる、ほぼ唯一のステーションである。これまで、教育用ビームラインとして位置づけられた大学等運営ステーションであったが、本年度より、より多くの研究が期待される原子分子科学ユーザーグループによる運営に切り替えた。VUV 領域の光源が必要である原子分子光ダイナミクスの研究を中心に、より幅広い分野の実験課題を受け入れるとともに、ユーザーグループによる運営とすることで、これまで以上にユーザーのニーズに対応するべく、分光器制御システムの改良やユーザー共通の測定システムの改良などを行なっていく。また、10 eV 以下の低エネルギー側の利用の要望があるため、このエネルギー領域でも定常的に利用できるようにするための種々の検討を進める。

引用文献

- [1] T. Kaneyasu *et al.*, J. Electron Spec, Relat. Phenom. **276**, 147488 (2024).

BL-27A：放射性試料用軟X線実験ステーション

宇佐美 徳子¹、横谷 明徳^{2,3}、岡本 芳浩⁴、本田 充紀⁴、馬場 祐治⁴

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 量子科学技術研究開発機構 (QST)、

³ 茨城大学、⁴ 日本原子力研究開発機構 (JAEA)

1. 概要

BL-27A は、偏向電磁石を光源とする軟X線ビームラインであり、プランチのX線ビームライン BL-27B とともに非密封 RI 管理区域（放射光アイソトープ実験施設）内に設置され、放射性同位元素（RI）および核燃料物質を試料として用いることができる。分光結晶として InSb(111) を備えた二結晶分光器により、1.8 ~ 5 keV 程度の軟X線が利用できる設計であるが、分光器の不具合とその応急処置のため（詳細は 2021 年度年報参照）、現在は原則として 1.8 ~ 3.5 keV の範囲での利用に制限している。非密封 RI 管理区域と通常の放射線管理区域（実験ホール）との境界として、ビームライン内にメッシュで裏打ちされたカプトン（ポリイミド膜）があるため、1.8 keV より低いエネルギーの軟X線は実用的な強度では得られない。

日本原子力研究開発機構 JAEA（当時は日本原子力研究所）と高エネルギー加速器研究機構 KEK（当時は高エネルギー物理学研究所）の共同で建設され、1992 年度から運用が開始された。ビームラインコンポーネントの多くは JAEA 所有であったが、KEK に譲渡され、2019 年度からは、放射線生物ユーザーグループおよび原子力基盤研究ユーザーグループによって運営されるユーザーグループ運営ステーションとなった。2024 年度は 2 期目の最終年度にあたるが、次年度以降も更新の予定で準備を進めている。

上流側には生物用単色軟X線照射装置、下流側には光電子分光装置と、2 つの装置（実験ポート）がタンデムに設置されていて、切り替えて使用している。上流の生物用単色軟X線照射装置は、軟X線ビームを空気中に取り出して使うことができる差動排気系、カプトン窓、放射線シールド（ハッチに準ずる）を持ち、真空中に入れることのできない生物試料や溶液試料に単色軟X線を照射することができる。ビームサイズより広い面積の試料にも均一に照射できるように試料スキャン機構を有している。また、このポートを利用して、軟X線蛍光 XAFS 実験も行われている [1]。試料チャンバー（JAEA 所有）は真空または He ガス置換により大気圧での測定も可能である。下流側では、光電子分光（XPS）実験の他、全電子収量法による XAFS 実験が可能である。

2. 整備開発および運用状況

ビームラインとして新たな整備開発はしていない。運用開始から 30 年近くが経過していることから、老朽化による不具合が多発しており、その都度対処している。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイムは、上流側と下流側の切り替えをなるべく少なくなるように調整しているため、実験が可能な時期が制限されるという状況はあるが、ユーザーの希望どおり配分できている。

4. 今後の展望

廃棄物処理、汚染土壌の減容化・再利用、原子炉材料など、原子力関係の課題が 2/3 以上を占める。大気圧下での軟X線分光・照射実験、放射性試料（環境試料も含めて）など、このビームラインの特徴を活かした研究を中心に共同利用を推進する。現在、ウランの M 吸収端 ($> 3.5 \text{ keV}$) での大気圧下での XAFS 測定の準備を進めている。

放射線生物分野では、従来のリンやイオウなど細胞内元素の K 吸収端を狙った照射実験に加え、放射線増感効果を示すハロゲン化 DNA 関連分子の電子状態に関する研究 [2] や、がん治療を見据えたケージド化合物の候補物質など生体関連分子の光電子分光、X 線吸収分光による電子状態分析 [3] が活発に行われている。これらの研究の一部は電子物性理論の専門家との共同研究に発展しており、新たな展開が期待される。また、最近の放射線生物・放射線医学のトピックスのひとつである「FLASH 効果（超高線量率照射によりがん組織に対する抗腫瘍効果を残したまま正常組織の放射線影響を軽減する効果）」に関するメカニズム研究を進めており、ヒト培養細胞、オルガノイド（三次元培養臓器）への照射に展開する予定である。その他、生体に関連が深い分子の放射線化学に関する研究も進められており [4]、引き続き推進したいと考えている。

引用文献

- [1] M. Honda *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **86**, 035103 (2015).
- [2] Y. Izumi *et al.*, Phys. Chem. Chem. Phys. **26**, 4422 (2024).
- [3] Y. Izumi *et al.*, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B **547**, 165211 (2024).
- [4] S. Nakagawa *et al.*, Radiat. Phys. Chem. **214**, 111304 (2024).

BL-19A/B：軟 X 線顕微・分光実験ステーション

山下 翔平
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

軟 X 線領域の走査型透過 X 線顕微鏡 (Scanning Transmission X-ray Microscopy: STXM) は、炭素の官能基や鉄の価数などを識別した二次元ナノ構造を可視化することができる強力な測定手法である [1]。軟 X 線をフレネルゾーンプレートと呼ばれる集光レンズで数十ナノメートルに集光し、試料に照射する。試料を透過した X 線の強度を計測しながら試料位置を走査することで二次元のイメージングの手法に X 線吸収分光の原理を組み合わせた X 線顕微分光を可能とする。

BL-19 は、19A ブランチに STXM を常設し、19B ブランチには持ち込み装置に対応したバルク分光実験ステーションを整備している。19B ブランチにはバルク軟 X 線 XAS 実験装置を接続することで、STXM の解析に使用する多数の標準試料スペクトルをクリックスキャンモードによって迅速に測定することを可能としている。このような単一ビームラインで顕微・バルク両方の分析機能を有する組み合わせは世界でも例がなく、STXM 実験結果から有益な情報を効率よく引き出すための実験環境を構築している。

BL-19 の STXM が対象とする測定系には、自然界から採掘した石炭・鉄鉱石などの有機資源ベースの材料や人工的に合成された樹脂材料、電池材料、触媒材料など多種多様に及ぶ。2021 年度から現在にかけて、隕石や宇宙からのリターンサンプルなどの未知の物質への研究利用も盛んに行われ、STXM によって物質の持つ化学状態とその空間的な分布に関する情報を基に、宇宙や地球に密接に関わる物質がこれまでに辿ってきた温度、圧力などの環境条件を推定し、物質の成り立ち（履歴）をはじめ生命の起源に関する研究にも展開されている。時間経過によって物質が風

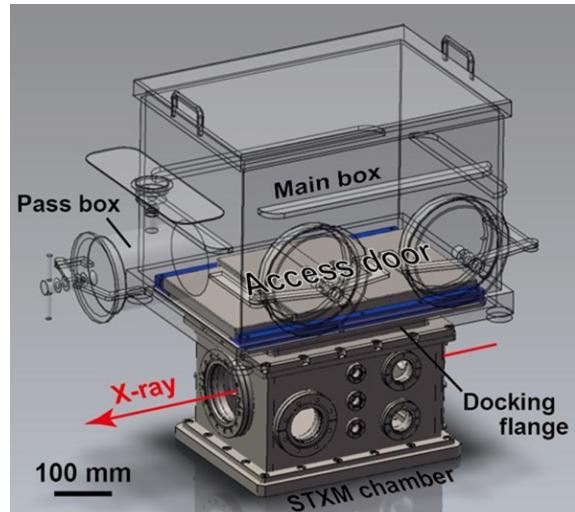


図 1 大気非暴露システム

化や空気酸化の影響を受けた場合には、物質本来の化学状態を保持していない可能性が残るため、BL-19 では大気非暴露での試料投入・分析を可能にするシステム（図 1 参照）を整備しており、酸素濃度や露点を常時計測することで、酸素や水による酸化の可能性を排除した状態での測定を可能としている [2]。

2. 整備開発および運用状況

BL-19A/B は 2019 年度より共同利用実験課題の募集を開始し、2019 年 5 月末よりビームライン調整と並行して共同利用実験を開始し現在に至る。その間、フレネルゾーンプレートの改良更新や前述した大気非暴露環境システムおよび試料導入機構の開発のほか、感染症対策を機にリモート

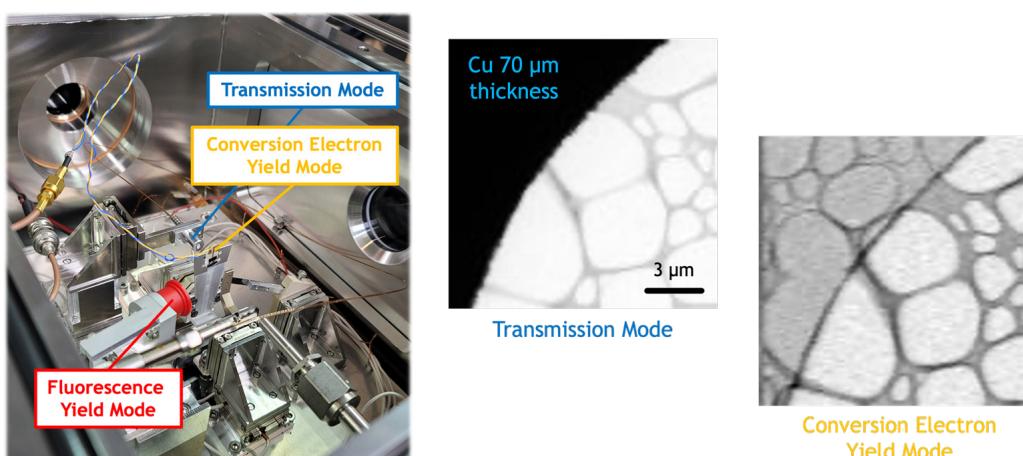


図 2 新たな顕微分光測定手法の概略

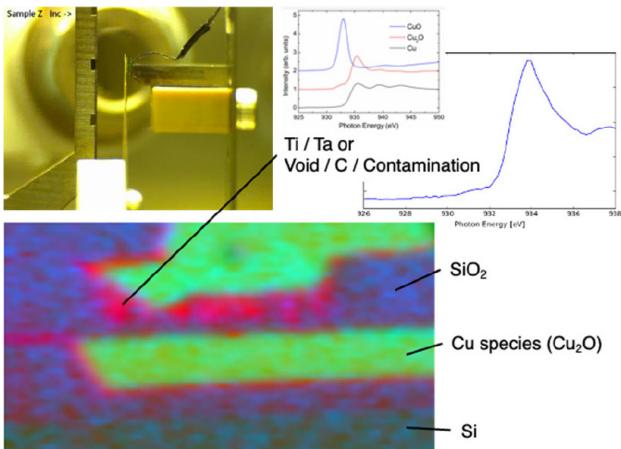


図3 加工を要さず設置した試料（半導体デバイス）の側面写真及び取得画像

制御のためのハード及びソフトの改良、操作性と安全性に配慮した制御ソフトウェアの更新など、より高いユーザビリティを目指すとともに効率的で新たな成果創出のための開発・改良を進めている。

2023年度から現在にかけては、従来の透過法によるSTXMに代わる新たな顕微分光測定手法として蛍光収量法と転換電子収量法を採用し、その運用を開始している（図2参照）。従来の透過法では、測定エネルギーに応じて適した試料厚みを用意する必要があり、それには集束イオンビームやミクロトームなどの加工法を用いて数十～数百nm厚の薄片化の作業を要していた。加工時の労力は勿論のこと、ビームによる試料への損傷や加工自体が難しいケースなど、一部の試料においてはSTXMでの測定が困難なケースが存在していた。新たな2つの計測手法を組み合わせて同時に測定することが可能になったことにより、分析感度やそれぞれの手法ごとの測定時間は異なるが、軟X線領域における無加工（微加工含む）状態の試料の微量元素や極表面の顕微分光分析が可能となり、電池材料や触媒材料、半導体材料（図3参照）やリターンサンプル分析など、多種多様な分析に応用されている。

3. ビームタイム利用状況

2024年度のビームタイムの配分内訳は、S2課題での利用が全体の約30%、その他の共同利用実験が50%、施設利用や共同研究など、非PAC課題の実験が約20%となっている。2019年度の共同利用実験開始から現在にかけて、共同利用課題及び産業利用の需要が増加傾向にあり、2024年度は総配分希望に対して75%程度の配分率となった（2023年度は65%、2022年度は70%、2021年度は80%と推移している）。複数のS2課題のほか、BL-19Bのフリーポートを使った持ち込み装置による利用研究も盛んに行われていることが競争倍率の高さの背景にあると考えられる。

4. 今後の展望

これまでにSTXMを利用した研究成果などが各所から発信され、その有用性が国内外問わず認知されてきており、最近では国外からの利用に関する問い合わせおよび海外ユーザーの参入も徐々に増加傾向にある。また、バルク分光実験ステーションである19Bブランチの需要も前述通り比較的高い傾向にあるために、運転時期によっては全ユーザーに希望通りのビームタイムを配分できない状況もしばしば生じている。新学術領域「水惑星学」及び関連するS1課題が2022年度で終了を迎えたが、産業利用によるイノベーション創出を目的とした建設経緯から、BL-19では向こう数年にわたって引き続き産業利用を推進する方針をとる。限られたビームタイムで最大限の成果を創出することを目指し、試料準備や実験の予備検討、実験中の測定条件の最適化が重要であり、利用ユーザーへの継続的なサポートは勿論のこと、ユーザーのニーズや実験目的に合わせてSTXMに限らずXAS共に試料周りの高度化を進める。

引用文献

- [1] Y. Takeichi *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **87**, 013704 (2016).
- [2] S. Yamashita *et al.*, AIP Conf. Proc. **2990**, 040009 (2023).

BL-3A：極限条件下精密単結晶 X 線回折ステーション

中尾 裕則

物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

本ビームラインでは 4 軸回折計 (HUBER) を用いて、物性変化に伴う僅かな結晶・電子構造の変化を捉え、その物性の起源を解明する「構造物性研究」をメインに進められている。このような物性変化に伴う構造変化を反映した微弱な信号を捉るために、回折計・検出器等は整備されてきている。また、様々な外場下で多彩な物性を示す系がターゲットであり、以下のような温度・磁場といった外場下での実験用付帯設備が整備されている。特に BL-3A は、図 1 にある超伝導磁石搭載型 He フロー型クライオスタッフが常設状態で回折実験が出来る国内唯一のビームラインであり、多くの磁場下構造物性研究が展開されている。

温度 : He 循環型冷凍機 (4-320 K)、電気炉 (300-1000 K)

磁場環境 : 超伝導磁石搭載型 He フロー型クライオスタッフ
(磁場 $\leq 7.5\text{T}$, 2-300 K)

専用の 2 軸回折計上に設置して利用。

また物性変化に対応した電荷・軌道・スピンの秩序状態を X 線の偏光を利用した「共鳴 X 線散乱手法」により調べる研究が数多く行われている。そのため、ダイヤモンド移相子を利用した入射 X 線の偏光制御や、回折光の偏光解析が行えるよう整備されている。また対象とする系は多種多様であり、ビームラインとして用意している装置に加え、ユーザーが自由な装置を組み付けることで、他にはない実験条件での実験が実施できるのも特徴である。このように多彩な実験環境 (Do it yourself な環境) を維持するのは、ビームライン担当だけでは難しく、ユーザーと協力することで初めて可能となっている。

さらに BL-3A は挿入光源ビームラインであり、構造物性ビームラインの中でも輝度が高く、構造物性研究だけで

なく地球惑星科学、表面・界面化学などの利用研究も行われている。

2. 整備開発および運用状況

4 軸回折計の実験は、上述にあるような測定対象に応じた多彩な実験環境に対応することで常に新しい研究が行われているが、測定に関するハード的な部分は長年同じである。一方、ユーザーと装置をつなぐソフト的な部分は、常に改良を進めてきた。回折計・ビームラインの制御には SPEC を利用し、ユーザー独自の機器の制御にも対応している。測定 PC は仮想化し、Nomachine での遠隔操作、Nextcloud によるデータの共有が行われている。

BL-3A は、挿入光源ビームラインとして 2007 年より運用が開始されたビームラインである。しかしながら、ビームラインのコンポーネントは、前身の BL-16A から移設された機器が多く、老朽化に伴う故障が相次いでいる。2024 年度は、分光器下流側の 4 象限スリットの、モーター・モータードライバ、シリコンドリフト型 X 線検出器を更新した。

3. ビームタイム利用状況

挿入光源ビームラインである BL-3A は、構造物性グループのビームラインの中で輝度も高く、大強度の X 線が利用できる。一方、同じく 4 軸回折計を用いた構造物性研究が実施可能な BL-4C は、ベンディングマグネットのビームラインである。そこで、BL-3A と BL-4C のビームタイム配分は、希望、研究内容を精査の上、BL-3A でないとできない研究 (大強度、超伝導磁石の利用など) を優先して BL-3A でビームタイム配分し、予備的実験や、時間をかけなければ実施可能なものは、BL-4C でビームタイム配分するように調整の上、課題評点を加味し決定している。またビームタイム希望調査では、希望配分日数と、実験を実施する上で最低限の日数を伺い、可能な限り広いユーザー層に使ってもらえるようにしている。しかしながら、最近のビームタイムの減少の影響もあり、評点の低い課題に配分できないことも生じている。ただし最低限、年 1 回の実験は可能な状況を維持している。

4. 今後の展望

現在アクティビティの高い、磁性体を中心とした構造物性研究をメインに、微弱信号を効果的に検出できるように、今後も整備する。また、上述のように老朽化に伴う故障に備えた対応を、可能な限り行っていく予定である。特に、長年利用している 4 軸回折計は、1998 年より利用され、全般的なオーバーホールが必要な時期となっている。

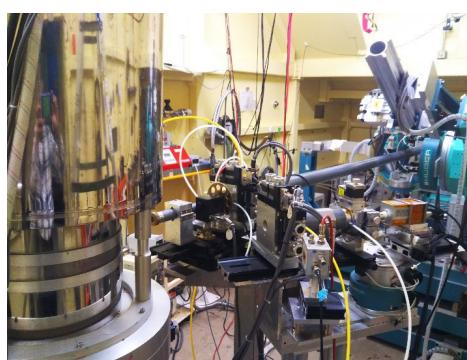


図 1 2 軸回折計上の超伝導磁石搭載型 He フロー型クライオスタッフ (左手) と 4 軸回折計 (右手奥)

BL-4B2：多連装粉末X線回折装置

井田 隆¹, 石橋 広記², 植草 秀裕³, 上原 政智⁴, 籠宮 功⁵, 西村 真一⁶, 藤井 孝太郎⁷,
堀部 陽一⁸, 三宅 亮⁹, 八島 正知³

¹名古屋工業大学先進セラミックス研究センター、²大阪公立大学理学研究科、³東京科学大学理学院、

⁴横浜国立大学工学府、⁵名古屋工業大学工学研究科、⁶東京大学工学系研究科、⁷法政大学生命科学部、

⁸九州工業大学工学研究院、⁹京都大学理学研究科

1. 概要

BL-4B2は「粉末回折ユーザーグループ」運営ステーションである。放射光の高輝度・高平行性を活かし、正確で高精度・高分解能な粉末結晶放射光回折データを実用的な時間内で測定することができる。このような高品質回折強度データは、結晶学や鉱物学、物性科学、構造化学などの基礎分野から、応用物理、応用化学、無機材料工学、薬学など広い応用分野で必須のものである。特に材料分野ではエネルギー・二次電池・燃料電池・エネルギー変換合金やセラミックスの構造と材料特性の研究が行われおり、高精度データを利用した熱振動による原子位置のゆらぎ、電子密度分布に基づく化学結合の評価まで可能となっている。また、高分解能データを利用して、粉末結晶の回折データから結晶構造を決める粉末未知結晶構造解析を行うことができる。例えば、温度変化等の外部環境変化による相転移で単結晶状態が崩壊し粉末結晶となる系や、材料・物質合成上の理由で粉末結晶しか得られない系でも、結晶構造を明らかにすることができます。この手法は、固体物理分野の基礎研究から、実用材料の評価、医薬品原薬結晶の構造解析にも活かされている。

このような高精度・高分解能データを測定するために、検出器多連装型軌道放射光粉末回折計 MDS (Multiple Detector System) [1] を設置している。この装置は、1994年に虎谷秀穂氏らが、放射光粉末回折実験のために、世界で初めて独自に開発したものであり、2θ軸上に 25° 間隔で配置された単結晶 Ge(111) アナライザー付シンチレーションカウンター検出器系を 6 系統備えた平行法型粉末回折計である。なお、この MDS のアイデアは海外の放射光施設でも採用された。ユーザーグループでは、回折計の性能評価や光学系の調整、実際的な使用経験を重ね、さらにデータ解析のための実用的なソフトウェアを開発している [2,3]。

回折計は θ 軸、2θ 軸を持ち、平板回転型試料台を使った反射型測定を行うことができる。サンプル量に応じて面積や深さの異なった円盤型試料ホルダーを用い、測定時にはホルダーを面内回転させ回折に寄与する粒子数を増やし、選択配向効果を減少させることができる。またキャピラリー回転試料台を θ 軸に設置した透過型測定も可能である。サンプル量に制限がある場合、選択配向効果を回避する場合に有効である。環境制御測定については、ユーザーにより 1500°C 以上の温度での測定を可能にする高温炉

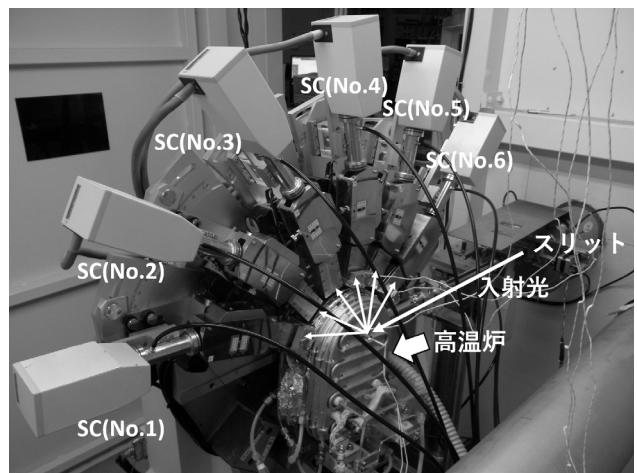


図1 検出器多連装型軌道放射光粉末回折計 MDS (Multiple Detector System) 高温炉を使った平板試料台反射型測定設定

アタッチメントが開発されおり、セラミックス材料の測定で利用されている。キャピラリーサンプルについては、吹付け型低温装置による窒素温度までの低温測定が可能である。

前述の多連装シンチレーションカウンターは 2θ 軸上にあり（図 1），最小 0.004° ステップのステップスキャンが可能である。多連装であるため全測定領域が 2θ で 125° であっても、検出器 1 台当たりの測定角度範囲を 25° 程度にすることができる。1 ステップ当たりの露光時間を 1 秒とした場合、3 時間程度の測定になり、実用的な時間での回折測定が可能となる。なお、波長は PF の放射光特性か 1.2 Å が多用されているが、ビームラインのモノクロメータ調整により、試料に含まれる元素にフォーカスした波長に変更しての測定も行われている。

2. 整備開発および運用状況

MDS は長期間に渡り安定して稼働している。2015 年度には測定を高速化するために、高速 8ch カウンターの設置を行った。制御・測定用の PC を更新し、測定の高速化・安定化を行った。これらの効果で測定時間が 10% 程度短縮され、長時間の連続測定時にも安定して測定が可能となった。2016 年度には回転試料台の整備を行った。また、単結晶解析の BL を併用した課題、中性子回折データと合わせた高度な解析を行う課題も実施されている。25% 程度の測定は高温炉を利用した高温測定となっている。ユ

ユーザー持ち込みの電気炉は、粉末試料や平板試料を空気中 1500°C 以上の高温で測定できることが特徴である。放射光と高温炉アタッチメントの利点を活かした研究例として、高圧合成した $\gamma\text{-Si}_3\text{N}_4$ の熱膨張挙動を空气中で最大 1460°C まで研究したものがある [4]。高圧合成で得られた直径 2 mm 程度の微小なペレットをそのまま使って加熱と測定を実施している。また、高分解能データの特徴を活かした有機結晶の粉末未知構造解析による医薬品結晶の研究 [5] から、電池材料に応用が可能なセラミックイオン伝導体の研究 [6-10] など幅広い分野で活用されていることも特徴である。

2024 年度は、燃料電池など多様な用途で重要な役割を果たすセラミックプロトン伝導体の新物質 $\text{BaSc}_{0.8}\text{W}_{0.2}\text{O}_{2.8}$ が、酸素空孔が多いペロブスカイト型酸化物に W^{6+} をドープするという新戦略で発見され、MDS を活用した研究として報告されている [11]。高いプロトン伝導性と化学的安定性を実現した有望な材料であり、応用研究が期待される。

ユーザーグループでは、ユーザー支援を行っており、サンプル調製、測定、解析まで支援しているため、装置に慣れないユーザーでも実験が可能である。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイムは比較的余裕があり、ユーザーからの希望にほぼ応えることができている。このため、充分に実験を行なうことができており、例えば、ビームタイム割当を分割し、データや試料の検討期間を置くことによって、測定戦略を柔軟に変更する配分が可能である。

4. 今後の展望

引き続き、高速測定により測定時間を短縮化する試みを行っている。前述の 8ch カウンターの設置はその一部である。連続スキャン方式への転換も検討しており、大幅な高

速化を達成できる。一方、現在では一次元・二次元検出器による短時間測定が一般的であり、現状の高分解能測定との併用が検討されている。また、他の放射光施設との情報交換も行っており、回折強度・スペクトル同時測定や、キャピラリー試料測定におけるサンプル交換の自動化などの基礎検討を行っている。余裕を持った測定による高精度データによる高精度解析、高温炉による稼働条件下での測定など、4B2 の特徴を生かした研究のさらなる展開が期待される。

引用文献

- [1] H. Toraya, H. Hibino, and K. Ohsumi, *J. Synchrotron Rad.* **3**, 75 (1996).
- [2] T. Ida, H. Hibino, and H. Toraya, *J. Appl. Cryst.* **34**, 144 (2001).
- [3] T. Ida and H. Hibino, *J. Appl. Cryst.* **39**, 90 (2006).
- [4] N. Nishiyama, K. Fujii, E. Kulik, M. Shiraiwa, N. A. Gaida, Y. Higo, Y. Tange, A. Holzheid, M. Yashima, and F. Wakai, *J. Euro. Ceram. Soc.* **39**, 3627 (2019).
- [5] O. D. Putra, A. Patterson, E. Yonemochi, and H. Uekusa, *CrystEngComm* **22**, 7272 (2020).
- [6] K. Kawai, D. Asakura, S. Nishimura, and A. Yamada, *Chem. Mater.* **33**, 1373 (2021).
- [7] H. Yaguchi, K. Fujii, Y. Tsuchiya, H. Ogino, Y. Tsujimoto, and M. Yashima, *ACS Appl. Energy Mater.* **5**, 295 (2022).
- [8] M. Matsui, K. Fujii, M. Shiraiwa, and M. Yashima, *Inorg. Chem.* **61**, 12327 (2022).
- [9] Y. Suzuki, T. Murakami, K. Fujii, J. R. Hester, Y. Yasui, and M. Yashima, *Inorg. Chem.* **61**, 7537 (2022).
- [10] S. Nishimura, A. Hayashi, A. Sakuda, and A. Yamada, *ACS Appl. Energy Mater.* **5**, 14053 (2022).
- [11] K. Saito, K. Umeda, K. Fujii, K. Mori, M. Yashima, *J. Mater. Chem. A*, **12**, 13310 (2024).

BL-4C：精密単結晶 X 線回折ステーション

中尾 裕則

物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

本ビームラインは、4 軸回折計（HUBER）を用いた精密X線回折ステーションとして、PF 建設当初より運用されてきている [1]。そのため各種ビームラインコンポーネント・実験機器は老朽化し、心臓部である回折計はすでに 30 歳を超えており、しかしながら、物性変化に伴う僅かな結晶・電子構造の変化を捉え、その物性の起源を解明する「構造物性研究」が、現在も盛んに行われている。このような物性変化に伴う構造変化を反映した微弱な信号を捉るために、回折計・検出器等は老朽化対策とともに整備してきた。また、様々な外場下で多彩な物性を示す系がターゲットである。現在は以下のような実験用付帯設備が整備されている。

広範囲温度実験用 He 循環型冷凍機（4-600 K）、
電気炉（300-1000 K）

また X 線の偏光を利用して「共鳴 X 線散乱手法」を用いて、物性変化に対応した電荷・軌道・スピンの秩序状態を調べる研究が数多く行われている。そのため、散乱光の偏光状態を調べることが重要であり、偏光解析装置が整備されている。また対象とする系は多種多様であり、ビームラインとして用意している各種機器に加え、ユーザーが自由な装置を組み付けることで、他にはない実験条件での実験が実施できるのも特徴である。このように多彩な実験環境（Do it yourself な環境）を維持するのは、ビームライン担当だけでは難しく、ユーザーと協力することで初めて可能となっている。

2. 整備開発および運用状況

4 軸回折計の実験（図 1）は、上述にあるような測定対象に応じた多彩な実験環境に対応することで常に新しい研究が行われているが、測定に関するハード的な部分は長年同じである。一方、ユーザーと装置をつなぐソフト的な部分は、常に改良を進めてきた。回折計・ビームラインの制御には SPEC を利用し、ユーザー独自の機器の制御にも対応している。測定 PC は仮想化し、Nomachine での遠隔操作、Nextcloud によるデータの共有が行われている。

BL-4C は、PF 建設当時より運用が開始された古いビームラインということもあり、毎年 老朽化に伴う作業を行っている。2024 年度は、He 循環型冷凍機の真空槽側への He ガスリーク、ビームラインの真空バルブ圧空漏れ、集光ミラー駆動不良等への対応を行った。

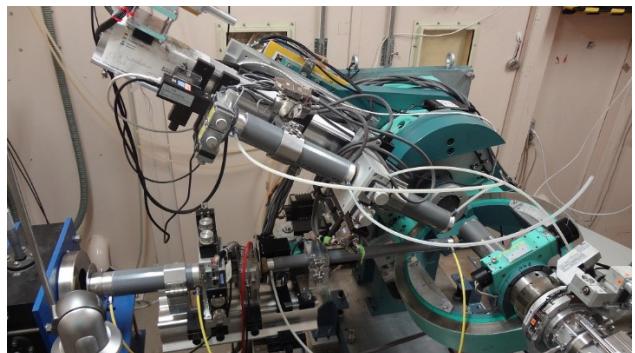


図 1 4 軸回折計に He 循環型冷凍機を搭載している。20 アーム上に、2 次元 X 線検出器が搭載され、精密な格子定数測定が行われている様子。

3. ビームタイム利用状況

パンディングマグネットビームラインである BL-4C は、汎用的な構造物性研究を展開するビームラインとして利用されている。挿入光源ビームラインである BL-3A は、同様の実験が実施可能でかつ、輝度が高く、大強度の X 線が利用できる。そこで、BL-3A と BL-4C のビームタイム配分は、希望、研究内容を精査の上、BL-3A でないとできない研究（大強度、超伝導磁石の利用など）を優先して BL-3A でビームタイム配分し、予備的実験や、時間をかけなければ実施可能なものは、BL-4C でのビームタイム配分するよう調整の上、課題評点を加味し決定している。またビームタイム希望調査では、希望配分日数と、実験を実施する上で最低限の日数を伺い、可能な限り広いユーザー層に使ってもらえるようにしている。

引用文献

- [1] H. Iwasaki *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **60**, 2406 (1989).

BL-6C：X線回折・散乱実験ステーション

八方 直久¹、杉山 和正²、福田 勝利³、土井 教史⁴、林 好一⁵、木村 正雄⁶、
大田 浩正⁷、中尾 裕則⁸

¹ 広島市立大学 情報科学研究科、² 東北大学 金属材料研究所、³ 京都大学 産官学連携本部、

⁴ 日本製鉄（株）先端技術研究所、⁵ 名古屋工業大学 工学研究科、

⁶ 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

⁷ 三菱電機システムサービス（株）加速器技術センター、⁸ 物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

BL-6C では、物質の構造・物性や機能を解明することを目的とした硬X線領域の回折・散乱・吸収実験を行っている。精密構造解析用4軸回折計、薄膜評価用表面回折計、動的構造解析用多軸回折計の3つの回折計が常設されている。また、蛍光X線ホログラフィー測定装置や、吸収分光実験のセットアップを行う事もできる。実験ごとにハッチ内の装置レイアウトを変更することで、X線異常散乱、X線共鳴磁気散乱、表面回折、in-situ X線回折、蛍光X線ホログラフィー、X線吸収スペクトル測定など、多様な実験が可能となっている。2結晶分光器と集光ミラーのレイアウト変更により、2014年5月から集光可能なX線エネルギー領域が20 keV程度まで拡大したこと、ユーザーのアクティビティが向上している。また、2020年に、これまで長らく使用してきた大型の3軸4円回折計を、装置老朽化のために撤去した。撤去後のスペースを利用してことで、X線吸収スペクトル測定装置などの設置が簡便になっている。

2. 整備開発および運用状況

BL-6C は UG 運営ステーションであり、物質物理UGとPF所内担当者で協力してビームラインの保守・管理に当たっている。2024年度は、体制が整わなかった動的構造解析グループ（代表：土井教史）の利用がなかったが、他の蛍光X線ホログラフィー（代表：八方直久）、精密構造

解析（代表：杉山和正）、表面回折（代表：福田勝利）の3グループは例年通り活動することができた。ビームライン制御系に特に異常はなく、実験装置は、測定手法別に小グループを組織し、保守や改良を行った。なお、2025年度より PF 所内担当者が中尾裕則教授から、奥山大輔准教授に交代する。

3. ビームタイム利用状況

実験手法ごとに用いる実験装置が異なり、装置や実験レイアウトの切り替えが発生する際には実験の立上げに時間を要する。そこで、立上げにかかる時間を減らし効率的に実験を行うため、BL-6C では同じ実験手法を用いて行う課題のビームタイムは連続した日程での配分を行っている。測定手法別的小グループごとに、代表を中心に WG メンバーで実験セットアップや小グループ内の新規ユーザーの実験支援を行っている。2024年度第1期は13課題（計66.3日）、第2期は14課題（計72.3日）、第3期は13課題（計20.7日）のビームタイムを実施することができた。2023年度に続き、2024年度も既存ユーザーの更新のみだった。新規ユーザーの獲得に努めたい。

4. 今後の展望

効率的で新規ユーザーにも使いやすい実験システムの構築を目指すとともに、昨今の事情を鑑みて、可能な限りのオンライン化、自動化を進める予定である。

BL-7C：汎用X線ステーション

杉山 弘

物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

本ビームラインは 2013 年秋に XAFS 優先ステーションから X 線汎用ステーションに運用方法を変更し、現時点では特定・優先の使用目的を設けずに運用されている唯一の X 線汎用ステーションである。ビームラインの特徴としては比較的大型の実験装置を課題に応じて自由に搬出入可能、高調波除去全反射ミラー、サジタル結晶による集光などがある。

2. 整備開発および運用状況

PF 建設初期から使用されている数少ないビームラインであるため、現状の機能を可能な限り維持することに努めた。各種機器の老朽化も進み、真空機器や圧空機器などを中心に毎年いずれかの機器の修理・保守などを実施している。2024 年度は VC2 圧空駆動系の分解修理を実施した。各種機器の保守・修理を早期実施することにより、ビームタイム日程に影響しないようにしている。

3. ビームタイム利用状況

汎用ステーションであるため、実験装置の入替が頻繁に行われる。したがって可能な限り同一装置の課題をまとめて実施することにより、立上・調整や搬出入の回数を減らし、ビームタイムを有効活用して多くの課題が実施できるようにした。実験手法は多岐にわたり 2024 年度は薄膜回折、二次 X 線分光、X 線異常散乱といった手法による実験が実行された。

4. 今後の展望

汎用ステーションであるがゆえにユーザ側からビームラインに特別な機能を追加する要望はほぼ無い。専用化される予定は今のところ無いため、基本的には現状機能を可能な限り維持する。

また反射効率および集光性能を維持するために、モノクロメータ第一・第二結晶とともに 2 年程度毎にカーボン除去洗浄を実施していく予定である。次回の洗浄は 2025 年夏期停止期間を予定している。

BL-8A/8B：多目的極限条件下ワイセンベルグカメラ

奥山 大輔
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-8A と 8B にはそれぞれに大型二次元 Imaging Plate (IP) 検出器を用いた汎用回折計が設置されている。IP の面積が異なる等の若干の違いはあるものの、アタッチメントの規格を共有してほぼ同等の測定環境を実現し、二つのビームラインを一元化して管理運営を行っている。回折計は RIGAKU が市販する X 線回折計 RAPID と概ね共通のシステムを用いて操作できるため、ラボ機と同様の簡便さで放射光 X 線回折実験を行うことができる。IP は高いダイナミックレンジで広い Q 空間を測定できるため汎用性が高く、粉末結晶試料、単結晶試料を主として、ナノ粒子、カーボンナノチューブ、液体等の非晶質試料の測定も行われている。輝度の高い放射光 X 線と IP の高ダイナミックレンジを利用した精密構造解析を得意としていて、例えば、電子密度解析により物質中の水素の電子状態やその位置を精度よく決定する、微小な超格子反射やわずかな反射のスプリットをとらえて結晶対称性を決定する、等の高い精度が要求される実験が行われている。入射 X 線のエネルギーを選択し (5~21 keV)、逆空間の測定範囲や X 線吸収の大小等の測定条件を最適化することができる。また、異常散乱項を積極的に利用することも可能である。

試料環境について汎用性の高いことも特徴の一つであり、高圧、低温、高温、等の極端条件下での測定を簡便に

行うことができる環境が整っている。そのため初心者のユーザーの利用が比較的多く、放射光を用いた回折実験の入り口として機能している。はじめに IP を用いた広範囲測定で回折像の全体像を把握し、他のビームラインで特定の領域をゼロ次元ディテクターで詳細に測定することで、効率よく研究を進めることができる。

2. 整備開発および運用状況

測定試料は単結晶、粉末結晶、非晶質試料と多岐にわたる。それぞれの測定によりニーズが異なるため、いずれの実験においても精度の高いデータが得られるよう、安定したビームと散乱強度測定を提供できるように整備を行っている。低温、高温、高圧、電場下といった極限環境下での測定のニーズが高いため、これらの測定を簡便かつ低バッケージングで行えるよう、付属装置を開発し測定環境の拡充を継続的に行っている。具体的には、ダイヤモンドアンビルセル、ピストンシリンダー型圧力セル（高圧下 (~1 GPa) で単結晶構造解析が可能)、He 循環型冷凍機（室温～4 K）、電気炉（室温～1000 K）、ガス吹き付け型温調装置（30 K ～ 400 K）、高温窒素ガス吹き付け装置（室温～700 K）、粉末試料用スピナーが使用可能である。

また、バルク試料や重い元素の入った試料を用いた回折実験のために、より短い波長の X 線を用いた回折実験のニーズが高まっており、AR-NE1A にて 35 keV の X 線を用いて同様の実験が可能になるようサポート体制をとっている。

3. ビームタイム利用状況

2024 年度は概ね予定通り稼働した。トラブルによるビームタイムの損失はほとんど無い。

4. 今後の展望

汎用性が高く簡便に高精度の放射光回折実験ができる環境を安定して供給することを第一に運営する。一方、装置の老朽化によるトラブルも若干ながら起こっているので、回折計の後継機の模索を始めている。

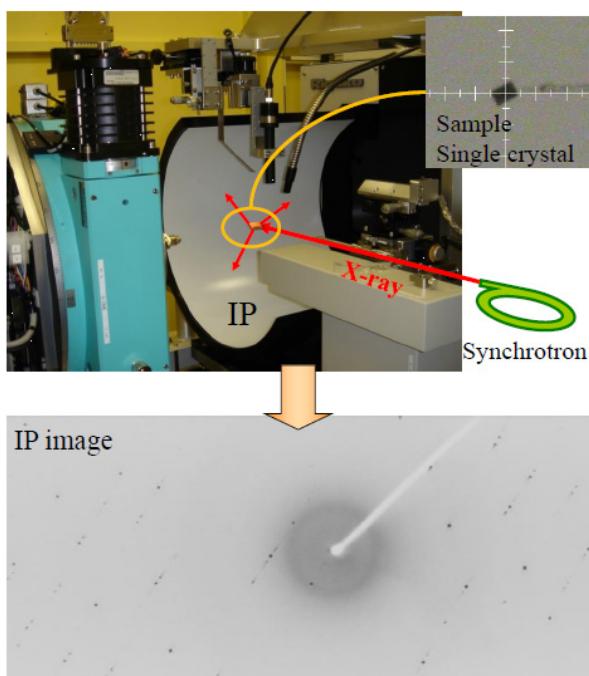


図 1 BL-8A に設置されている IP 回折計

BL-10A：鉱物・合成複雑単結晶構造解析

栗林 貴弘¹、杉山 和正²、吉朝 朗³、熊井 玲児⁴

¹ 東北大学 大学院理学研究科、² 東北大学 金属材料研究所、³ 熊本大学 先端科学研究所、

⁴ 物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

BL-10A は、途切れの無いチューナブルな波長と極めて高い回折角度精度を特徴とする放射光 X 線に対し、四軸型回折計とシンチレーション検出器を用いた単結晶 X 線回折法の優位性を利用した逆空間での空間分解能に秀でたビームラインである。複雑な化学組成をもつ天然の鉱物や、優れた物性を発現する素子材料物質の結晶構造の詳細（構造中の特定元素の位置特定や変調構造解析などを含む）を解明することを目的とした実験が行われている。近年では、X 線異常散乱法を用いた特定元素の占有様式の解明、圧力誘起相転移機構の解明とその相転移後の空間群（構造）の決定、Debye-Waller 因子による格子振動解析、対称中心存在の有無やキラリティーの決定、電子密度分布解析、欠陥構造解析など物質現象の本質を結晶構造の観点から明らかにすることを目指している。

BL-10A では、前述の目的のために通常の回折実験だけでなく、ダイアモンドアンビルセルによる超高压実験、低温・高温実験、強磁場・電場印加実験等の各種物理条件を変えた測定が可能であり、また波長可変を活用した異常散乱実験などが行われている。放射光 X 線とシンチレーション検出器を用いた単結晶 X 線回折法の特性を最大限引き出した固有の研究ステーションとして、深化をはかりつつ、次世代の研究者の育成も含めた運用を行っている。しかしながら、PF 開設最初期から運用されている BL のため、垂直型四軸回折計とその計測系の老朽化が進んでおり、現状のシステムの更新が不可欠となっている。そのため BL-10A の特徴を活かした新たな測定システム（同一微小試料の X 線回折実験と X 線分光測定）の構築・改善を進め、2023 年秋に通信ならびに測定系のシステムについて大規模な改善と刷新を行った。2024 期は、新たなユーザー獲得に向けて、X 線分光系と X 線回折系の測定システムの改善等を引き続き進めている。

2. 整備開発および運用状況

BL-10A は、UG 運営ステーションであり、鉱物・合成単結晶 UG と所内担当者で協力してビームラインの保守・運営管理にあたっている。

BL-10A では精密構造解析が主体であり、そのためには強度データを如何に精確に測定できるかが重要である。これまでに多くのユーザーの多様な実験に活用され成果を上げてきた装置であるが老朽化してきている。そのため、架台や回転部のメンテナンスには細心の注意を払って角度精度を維持している。ユーザー側にも、強度データの同価点

測定による精度の確認、実験室では取得できない高角度領域の強度データの取得等を行ってもらうことで、放射光データによる高精度の精密構造解析を行っている。また、本ビームラインの特色の一つである単結晶法による高圧その場回折実験では、高圧実験用の専用プログラムが用意されている。合わせて、四軸型回折計の ϕ 軸部にダイアモンドアンビルのような重量物をゴニオメーターに搭載するためには保持強度を高めてある。高圧実験以外にも各種実験にも対応できるよう装置周辺環境を整えている。

現状、本装置を利用するにあたり、ある程度専門的な結晶学的知識が必要なため、誰でも容易に使用できるユーザーフレンドリーな状態ではないが、使いこなすにあたって学生等への教育効果が大変大きいといったプラス面もある。実際、2024 期では修士院生による異常散乱実験の成果 [1] や単結晶その場 X 線回折解析実験が PF シンポジウムで発表 [2] されるなど、継続的に有意義な教育効果を挙げている。また、2024 年度も継続的に BL-10A のシステムの改善に取り組んだ。2023 年度に多様な実験を行うために必要な高度化に対応したシステム構築（通信系と測定系の一部刷新）を行ったが、2024 年度は、解析処理のソフトウェアの追加やマニュアルの更新を進め、よりユーザーフレンドリーとなるよう改善を進めている。

加えて、所内担当と相談しながら継続的に次世代機の設置・ビームラインの整備開発に努力しており、2024 年度には XAFS 測定で必要であったガスラインの整備を行い実用化した。一方で、XAFS 測定では耐用年数を超える機器があるため、回折実験と分光実験を同時にできる利点を活かした測定を継続的に行うために更新を検討する必要がある。BL-10A の UG メンバーで広く情報交換、意見交換を継続的に行っており、多様な実験環境の維持に向けた運営と、更新に向けた協議と、実務である改善・整備作業を進めている。結果として、各種エネルギーでの回折実験と XAFS 測定をセットにした測定が積極的に進められ、成果が出始めている [3]。異常散乱法による回折実験は国内外でも非常に限られており、特に、1 Å 付近の波長域での回折実験は BL-10A が有利な状況である。この特色は、単結晶法による高圧実験と合わせて、本ビームラインの特徴であり、関連するユーザーで運用が行われている。

3. ビームタイム利用状況と成果の例

BL-10A はベンディングマグネットビームラインであり、短波長から長波長までの波長可変性を活かした結晶構造解析を主体とする研究に活用されている。近年では、異常散

乱効果を積極的に活用した結晶構造解析（AXS）、ダイアモンドアンビルセルによる高圧下でのその場測定、日本産新鉱物の高精度結晶学的データ測定[4]、超重力を印加した新物質の測定、機能性結晶の精密解析に向けた測定、温度変化に伴う Debye-Waller 因子の変化による格子振動解析等の課題が採択されている。ビームタイムの配分は、放射光共同利用実験審査委員会（PF-PAC）の取得点数によって時間傾斜配分を行っており、3 点以上の課題にマシンタイムの配分を行っている。その際、ビームタイム希望調査を行い、希望配分日数と、実験を実施するために必要な最低限の日数を調査し、可能な限り広いユーザー層に使ってもらえるように対応している。異常散乱法による測定では吸収端近傍での複数回の強度測定が必要であり、また極微小天然鉱物試料や高圧下でのその場測定では、極微小結晶からの回折線の強度が非常に弱くなるため測定時間を増やす必要性と、高圧実験では複数の圧力点での測定が必要となるため、マシンタイムを多めに配分するよう配慮している。

4. 今後の展望

2024 期も継続的に、老朽化への対応として計測系・装置制御系だけでなく、ソフトウェアの更新を進めた。単結晶 X 線回折実験は、二次元検出器による実験が測定時間短縮の恩恵が大きいために主流となっているが、BL-10A の放射光 X 線の特長とシンチレーション検出器を用いた四軸型回折計による精密測定装置は、逆格子スキャンなどによる精密な逆格子点の解析が行える点でその存在意義は大きく、回折計を有する BL-10A の特性をフル活用した実験結果から、これまで多様な重要な成果が得られている。加えて BL-10A ステーションでは、広い選択波長領域を活用した異常散乱法とその XAFS 測定が可能であり、厳密な意味での同時測定ではないが、X 線回折実験と X 線分光実験を全く同一な領域に対して測定できるシステムが構築

され、この利点を活用した周期律表上で隣接する元素が含まれる物質中の特定元素の席選択性の精査など、放射光と BL-10A の特徴を活かした測定ステーションの運営を目指しており、積極的に関連する学会での発表[5] やビームラインの紹介に取り組んでいる。日本における本装置の存在価値をさらに高め、本装置により築かれたノウハウを基に温故知新で日本先導の先端装置の開発を進めたい。

引用文献

- [1] Harada, K., Kuribayashi, T., Nagase, T., Yamane, R. and Sugiyama, K. (2025) Observation on Zn/Cu Distribution in a Natural Tetrahedrite using Anomalous X-Ray Scattering Method with Synchrotron Radiation. Photon Factory Activity Report 2024 #42. Paper No. 75.
- [2] 堀越拓海、服部亮佑、松石清人、中野智志、藤久裕司、栗林貴弘 (2025) ダブルペロブスカイト半導体 Cs₂AgInCl₆ の高圧相における変調構造と光物性、第 42 回 PF シンポジウム /2024 年度量子ビームサイエンスフェスタ .
- [3] Ryo Yamane, Hiroaki Takeda, Takahiro Kuribayashi, Kazumasa Sugiyama, and Tsuguo Fukuda (2025) Fine Structural Analysis of Calcium–Niobium–Gallium Garnet by Single-Crystal Anomalous X-ray Scattering. Journal of Crystal Growth, 649, 127947. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2024.127947>.
- [4] T. Kuribayashi, T. Nagase, T. Nozaki, J. Ishibashi, K. Shimada, M. Shimizu and K. Momma, Mineral. Mag. **83**, 733–739 (2019).
- [5] 栗林 貴弘、山根 峻、原田 敬太、長瀬 敏郎、杉山 和正 (2024) PF BL-10A の単結晶構造解析の新たな取り組みと現状について～X 線異常散乱実験と高圧下での場単結晶 X 線回折実験. 日本鉱物科学会 2024 年度年会 .

BL-14A：単結晶構造解析／検出器開発ステーション

佐賀山 基

物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系

1. 概要

BL-14A は単結晶構造解析／検出器開発ステーションとして運用している。世界的にもユニークな垂直偏光を発生させ、しかも 5T の超伝導磁石による強力な磁場により放射光のエネルギーを高エネルギー側へと押し上げる垂直ウィグラーを光源とするビームラインである。垂直 (ω) 回転軸の 4 軸 X 線回折計はおもに無機結晶の精密構造解析を利用されている。90 年代半ばにはシリコン・アバランシェフォトダイオード (Si-APD) 検出器と組み合わせた精密測定法が確立され、主として汎用自動測定に利用されてきた。近年は高速 4 軸回折計 + APD 検出器 + 多重回折回避プログラムを組み合わせた精密構造解析法の特長を意識した利用を進めている。また、広いエネルギー範囲 (5-80 keV) および縦偏光と 10^{10} phs/mm² 程度までの X 線ビーム強度を利用して検出器開発研究も展開されている。

2. 整備開発および運用状況

BL-14A の光学系パルスモータ制御および 4 軸 X 線回折計測定システムでは GP-IB 通信によるパルスモータコントローラおよび高速パルス計測系 (CAMAC) が使われていたが、20~30 年経過していること、制御機器の仕様が更新されてより高度な制御・計測が可能となっていることから、今後の継続性・汎用性の点を考慮し、2023 年にイーサネット通信による制御・計測システムへ移行した。2024 年度より、ピクセルアレイ型二次元検出器 (PILATUS3S 1M) が利用できるよう環境を整備している。現在は基盤系

のサポートを受けながら測定用ソフトウェアの開発を行っている。

3. ビームタイム利用

状況

超伝導垂直ウィグラーの光を使って順調にユーザー利用を進めている。回折計利用課題のビームタイムについては 6 日間程度（最短で 4 日間）、検出器開発については 3 日間程度を基準に配分している。

4. 今後の展望

Si-APD 検出器など独自の検出器開発と垂直偏光を利用した高速 X 線回折計の組み合わせにより精密・高効率測定の手法開発をさらに進める。光学系多軸同時駆動を実現し、高速駆動 4 軸 X 線回折計と高速パルス検出器による高精度・高計数率測定を効率よく行うシステムの整備を進める。

PILATUS3S 1M の導入に向けて開発した電動検出器移動ステージを整備する。2025 年度には実際に検出器を載せた状態で各可動軸やステージの原点と動作精度を確認し、必要に応じて補正を行う。

2023 年度から第一モノクロメーター結晶の冷却水が、配管の腐食により目詰まりを起こして流量が大幅に減少し、冷却が不十分な状況が度々生じた。そのため、アルミ製の結晶固定用ブロックを 2024 年度末に新たに銅で作り変えた。今後、交換して光学系を再調整する予定である。

BL-18B : Multipurpose Monochromatic Hard X-ray Station

熊井 玲児¹、Mrinmay K Mukhopadhyay²、Saha Pinku³、Vishnu Kumar³、Ananya Chattarj³

¹物質構造科学研究所 放射光科学第一研究系、² Saha Institute of Nuclear Physics (SINP)、

³ Jawaharlal Nehru Centre for Advanced Scientific Research (JNCASR)

1. 概要

BL-18B（インドビームライン）は 2008 年に締結されたインド DST（科学技術省）と KEK の協定に基づき設置された汎用 X 線実験のためのビームラインとして、インド人研究者による運営が行われている。インド側プロジェクトによるインド国内研究者向けの利用に加え、放射光共同利用実験課題審査委員会（PF-PAC）による課題選定を通じた一般の共同利用も受け入れている。ハッチ内には 2 台の回折計が導入され、利用できる実験手法は、(a) 高分解能粉末 X 線回折、(b) 低温 ($T > 10$ K) 粉末 X 線回折、(c) 高温 ($T < 1200$ K) 粉末 X 線回折、(d) 単結晶およびエピタキシャル薄膜回折、(e) 固体表面・界面の反射率・散漫散乱測定、(f) 斜入射及び透過配置による X 線小角散乱、(g) 液体表面の斜入射 X 線回折及び X 線反射率測定、(h) 高圧 X 線回折である。

2009 年度よりビームラインの貸与が開始され、コミッショニングを行った後、2011 年 10 月よりユーザー実験が開始された。まずインド人一般ユーザーからの公募による実験課題を実施し、その後 2014 年度より PF-PAC 課題による日本人を含む一般ユーザーの利用が開始された。インドビームラインプロジェクトは、インド科学技術省 (DST) による資金提供を受けており、第一期はコルカタの Saha Institute of Nuclear Physics (SINP) によって実施され、2016 年度から開始された第二期、および 2024 年度から開始された第三期はバンガロールの Jawaharlal Nehru Centre for Advanced Scientific Research (JNCASR) によって運営実施されている。

インドビームラインプロジェクト第二期の終了に伴い、2023 年 10 月以降、一時的に利用を休止していたが、新たなプロジェクト（第三期）が承認され、KEK と DST の間

で協定が締結されて、2024 年 10 月より利用が再開された。

2. 整備開発および運用状況

本ビームラインの運営およびユーザーサポートは PF スタッフの協力を得て常駐インド人研究者により行われている。ビームライン設置以降、各種測定装置は SINP および JNCASR によって調整が行われている。2024 年度も大きなトラブルはなく、順調にユーザー実験が行われた。インド側プロジェクトによる課題審査を経てビームタイムを配分された課題にはインド DST からユーザー実験に必要な経費が全額補助されている。

3. ビームタイム利用状況

BL-18B では、全ビームタイムの最大 50% まで PF-PAC を通じて申請された一般課題を受け入れており、残りのビームタイムはインド側プロジェクトを通じて募集したインド国内研究者向けに配分している。インド人ユーザーからの課題は年に 2 回（6/15、12/15 締切）募集を行い、インドビームライン運営委員会により選定された国際評価委員会による審査を経て、ビームタイム配分を行っている。2024 年度はインド側プロジェクトにより採択された 20 件が実施され、長期滞在者 2 名を含む 34 名がインド国内の研究機関から来日して実験を実施した。PF-PAC を通じて採択された一般課題については、PF のビームタイム配分委員会による配分を行っているが、2024 年度の配分はなかった。

4. 今後の展望

プロジェクト第二期で導入を予定していたすべての装置の設置が完了し、一般ユーザーにも開放された。2024 年度からのプロジェクト第三期でも、新たな機器の導入が予定されている。



図 1 BL-18B 実験ハッチ内の装置

BL-4A：蛍光X線分析／マイクロビーム分析

宇尾 基弘¹、光延 聖²、高橋 嘉夫³、木村 正雄⁴、丹羽 尉博⁵

¹ 東京科学大学 医歯学総合研究科、² 愛媛大学 農学部、³ 東京大学 大学院理学系研究科、

⁴ 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、⁵ 物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

本ステーションでは放射光X線集光ビームによる放射光蛍光X線分析を主に行っている。放射光蛍光X線分析法は低バックグラウンドのため検出下限が低く、しかも信号強度が高いため感度の高い元素分析の手法である。特にX線集光ビームを用いた局所領域の非破壊元素分析にその特徴がある。生物学・医学応用試料や岩石などの地球物理学・各種環境試料など、さまざまな物質科学の材料評価に使われている。

放射光蛍光X線分析は元素分析のみならず、蛍光X線強度の入射エネルギー依存性測定(XAFS)による化学状態分析も同じ装置で実現できるため応用領域が広い。本ステーションは、放射光源として偏向電磁石を利用し、ビーム出射位置固定型2結晶分光器(DCM)により単色化したX線領域の放射光を利用している。実験ハッチは光源からは13mの位置にあり、X線集光光学系はハッチ内に設置されている。本ステーションでは、Kirkpatrick-Baez(K-B)集光光学系を用いたX線マイクロビーム(ビームサイズ約5μm角;KB実験)、およびpoly-Capillaryレンズを用いたセミ・マイクロビーム(ビームサイズ約30μm径;PC実験)が利用でき、上記蛍光X線分析・XANES測定などが定常的に行われている。

2. 整備開発および運用状況

本ステーションは蛍光X線分析関連ステーションとしてPF初期から利用されてきたが、2014年度よりユーザーグループ運営ステーションとして測定手法をマイクロビームとセミ・マイクロビームに特化し再出発した。2024年度の整備状況と関連する活動について以下に記す。

(1) 2024年度も引き続きユーザーグループ運営ステーションとして光学系調整方法の定型化を図り、運営ワーキンググループメンバーのみによる調整が可能な状況になっている。KB、PC実験の調整をその手法を利用するUGメンバーが行うことにより、一部のUGメンバー

が手法を跨いで調整する必要がない体制をつくり、メンバーの負担低減を進めている。

(2) 2024年度第Ⅰ期はKB実験のみとし、第Ⅱ期はKB実験からスタートして、期中でPC実験への切り替えを行って後半約1/3をPC実験とし、第Ⅲ期は前半をPC実験、期中でKB実験に切り替えて実験を終えた。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイムは、ユーザーからの「ビームタイム要求書」による要求希望時間および利用可能な時期についての要望に従い配分している。ユーザーグループ運営ステーション化以後は利用ユーザーの数が絞られ、2024年度は要求ビームタイムが配分可能ビームタイムをやや上回る程度のため、配分調整の困難は生じていない。

4. 今後の展望

本ステーションは、ビームサイズやX線強度などの点で実験室系分析装置とナノビーム放射光分析ステーションの中間位置を占める装置として、またユーザーフレンドリーカーな放射光X線分析装置としてユーザーに利用され研究成果が出ている。また、例年継続申請が多いとはいえ、いくつかの新規課題申請もある。このことから、本ステーションは放射光マイクロビーム蛍光X線分析ステーションとして先端的とは言えないが、適切な運営のもとで存在意義は十分にあると考えられる。この考えのもとユーザーグループ運営ステーションとして10年以上運用してきており、その間の管理運営の実績を検討すると、ステーションとして定常状態に入りつつあると思われる。今後、さらにユーザーグループがより自立的に長期に安定して運営できるよう検討を進めている。KB実験の希望が多いため、2019年度からは、PC実験とKB実験の切り替えを第Ⅱ期と第Ⅲ期の年間で2回だけにして運営の負担を軽減する工夫を行っている。さらに長期的には施設の将来計画との整合性を含めて、検討を行う必要がある。

BL-9A : XAFS（高強度）実験ステーション

阿部 仁^{1,3}、丹羽 尉博²、仁谷 浩明²、松岡 亜衣²、城戸 大貴¹、木村 正雄¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

BL-9A は高強度 X 線と 7 素子シリコンドリフト検出器 (7SDD) を利用した希薄試料測定に適した XAFS 実験ステーションである。また、セットアップの変更により、He 雰囲気下で軟 X 線 ($\sim 2.1 - 4$ keV) 領域 (SX-mode) も利用可能である。モノクロメーターの上流に平行化ミラーが設置してあることによりエネルギー分解能を損ねることなく、高強度 (high flux) の X 線が得られる。また、軟 X 線 ($\sim 2.1 - 4$ keV) 領域で抜群の強度を持つことも特徴で、P、S、Cl などの軽元素に加え、K、Ca などの測定に威力を発揮する。一方で、高エネルギー側の cut off は低く、 ~ 15 keV となっている。高強度であることを活かし、7SDD の Quick scan 測定 (MSSD-QXAFS) が可能なシステムも導入されている。

上記特性を活かした実験として、ユーザー所有装置の実験ハッチ内持込み、XAFS 定盤上への設置による課題も多く行われている。

2. 整備開発および運用状況

高強度 X 線が得られ、7SDD が設置されていることから、希薄試料測定、微弱信号検出測定を行う課題を中心に運用している。

I0 および I1 測定に用いる 2 台のアンプのゲイン変更等は測定用 PC から行う設定としている。一方、I2 測定用アンプについては従前のようにアンプを直接操作する必要がある。イオンチャンバーのガス切替も測定用 PC から行う。

I0 前スリットは自動ステージ駆動となっており、スリット開口の調整は、測定用 PC から行える。これにより、強度を確認しながらのスリット調整が可能となっている。

SX-mode での P、S、Cl などの軽元素の測定を行う課題

の実施の推進を目指している。

XAFS を用いた食品中の Ca の化学状態分析に関するテーマが、量子ビーム連携研究センター (CIQuS) のテーマ設定型共同研究プロジェクト「量子ビームを用いた食品科学」の一環として他の量子ビーム研究者との連携も含め進められている。複合測定環境の構築も含め、9A の特徴でもある Tender x-ray と呼ばれる比較的低エネルギー領域の XAFS 利用研究の推進に繋げたい。

3. ビームタイム利用状況

材料科学部門の XAFS 関係 BL は一元化してビームタイム配分を行っている。希薄試料測定、微弱信号検出測定を行う課題からの需要が多い。また、Ca や Ti などの 4 - 5 keV 程度の測定の需要に加え、ランタノイドの L 吸収端測定、軟 X 線 (Tender x-ray) 領域の P、S の測定希望も一定程度ある。例えば、金属錯体の配位子、あるいは硫化物等に含まれる S の XANES 測定から電子状態について考察するような実験が行われている。高強度 X 線で 7SDD 測定が出来ることから、需要の多い実験ステーションとなっている。

4. 今後の展望

引き続き高強度 X 線と 7SDD を活かした希薄試料測定、微弱信号検出測定が実施可能な実験ステーションとして運用していく。

SX-mode で P、S、Cl などの軽元素の測定が可能であり、生体関連物質やその模倣錯体をはじめとして、これらの測定に関する潜在的需要は少なくないと考えている。一層の需要を喚起できるよう、宣伝していきたい。

BL-9C : XAFS (その場) 実験ステーション

阿部 仁^{1,3}、丹羽 尉博²、仁谷 浩明²、松岡 亜衣²、城戸 大貴¹、木村 正雄¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

各種ガス雰囲気下でのその場 (*in situ*) 観察 XAFS 測定を容易に実施可能な XAFS 実験ステーションとして整備している。高次光除去ミラーを持たないことから比較的低エネルギー領域は 9A や 12C に劣るもの、7 素子シリコンドリフト検出器 (7SDD) が設置されて以降、希薄試料も他の XAFS BL と同様に測定可能となっている。温度制御された試料の各種可燃性および支燃性ガス雰囲気下での *in situ* XAFS 測定に最適な実験ステーションとして整備を進め、可燃性および支燃性ガスのシリンドーキャビネット、ガス無害化用の触媒燃焼器が常設となっている。各種ガスの流量や切替の制御、専用 *in situ* cell での温度制御等は、専用 PC から行える。この整備により、*in situ* 実験に取り組みやすくなり、安全性も格段に向上了した。また、蛍光収量モードでの測定が可能で反応ガスを流通することができる蛍光 XAFS 用フローセルも導入されている。

測定プログラムも、様々なリクエストに応える形で拡張され、QXAFS での多元素連続測定、外部機器との連携、などが可能となっている。

ハードウェアおよびソフトウェア両面の進化により、多様なリクエストに対応できる *in situ* XAFS 測定環境が構築されつつある。比較的容易に多様な *in situ* XAFS 測定が実施可能な実験ステーションとして整備及び高度化を進めしていく。

2. 整備開発および運用状況

各種ガス雰囲気下での *in situ* XAFS 測定を容易に実施可能な XAFS 実験ステーションとして、整備している。*in situ* 実験の利便性、安全性を向上させるべく、細かなアップデートを隨時実施している。

以前の 9C には希薄試料測定に適した半導体検出器が設置されていなかったが、2022 年度に 7 素子へアップグレードした SDD が設置された。これにより、9C でも蛍光法での測定が 9A、12C と同様に行うことができるようになっている。

I0 および I 測定に用いる 2 台のアンプのゲイン変更等は

測定用 PC から行う設定としている。一方、I2 測定用アンプについては従前のようにアンプを直接操作する必要がある。イオンチャンバーのガス切替も測定用 PC から行う。

光学系では、高次光除去ミラーの導入を希望しているが、残念ながら必要な予算の確保には至っていない。

物構研スタッフによる手法開発として、Kramers-Kronig 変換を用いた表面敏感な XAFS 測定手法の開発を行ってきた（科研費若手 B、若手 A）。種々の表面現象の XAFS 解析に応用可能で、通常、表面では困難な各種ガス雰囲気下での *in situ* XAFS 測定を可能にする手法である。この手法は全反射 X 線分光法 TREXS (Total REflection X-ray Spectroscopy) と名付け、更なる高度化を目指している。2023 年度から科研費基盤 C の支援を得て、さらに 2024 年度からは学術変革領域研究 (A) イオン渦滞学に計画班として参画し、これまで表面（固気界面）のみであった TREXS を固液界面に適用するための研究開発を進めている。

3. ビームタイム利用状況

材料科学部門の XAFS 関係 BL は一元化してビームタイム配分を行っている。多素子半導体検出器や高次光除去ミラーがないことなどの理由により、従来は 9A、12C に比べて需要が低かったが、*in situ* XAFS 測定環境の整備、7SDD の設置、などにより、需要が急増した。この結果、希望時間数通りのビームタイムが配分可能な課題の評点は 9A、12C と概ね同等程度となった。企業ユーザーからの要望も増加している。

4. 今後の展望

各種ガス雰囲気下での *in situ* XAFS 測定環境の一層の充実、高度化を目指す。適切に宣伝を行い、潜在的需要を喚起したい。また、7 素子へとアップグレードした SDD が整備できたことにより、微量元素や希薄試料の蛍光収量法での測定需要にも対応できるようになったため、幅広い需要を取り込みたい。

BL-12C : XAFS（ハイスループット）実験ステーション

城戸 大貴¹、仁谷 浩明²、丹羽 尉博²、松岡 亜衣²、阿部 仁^{1,3}、木村 正雄¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

BL-12C はハイスループット XAFS 実験ステーションとして整備しており、自動測定システムの導入により効率よくデータ収集を行える。このシステムを用いたメールイン測定サービスを運用している。2023 年度に BL-12A 建設のためのハッチ減築を行ったが、これまで通りのビームを供給できている。引き続き XAFS データ収集データベースの構築を進めており、2024 年度からデータクオリティの自動判定システムの運用を開始した。今後も利便性向上のための開発を行う。

2. 整備開発および運用状況

現状はハイスループット XAFS 実験ステーションとしてユーザー不在でも実験が可能なシステムと、BL-9A、BL-9C、AR-NW10A と互換性のある XAFS 測定システムを維持するための保守作業がメインとなっている。常設設備として、

- 100 連装自動試料交換装置

・電離箱ガス自動混合フロー装置

・リモート制御対応型 X 線検出系

・高速パスルカウント測定対応 7 素子 SDD システムを整備している。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム配分は他の XAFS 実験ステーション群と一緒にして配分を行っている。BL-12C は多素子半導体検出器と高調波抑制ミラーを備え、利用可能エネルギー範囲も 4 ~ 23 keV と広いため、ほぼ全ての XAFS 実験を受入れ可能である。企業ユーザーの割合も多く、ステーションの利用率はほぼ 100% となっている。

4. 今後の展望

放射光実験施設基盤技術部門が進めている PF 基盤ネットワーク強化と連携し、高度なデータハンドリングシステムの整備を行う。

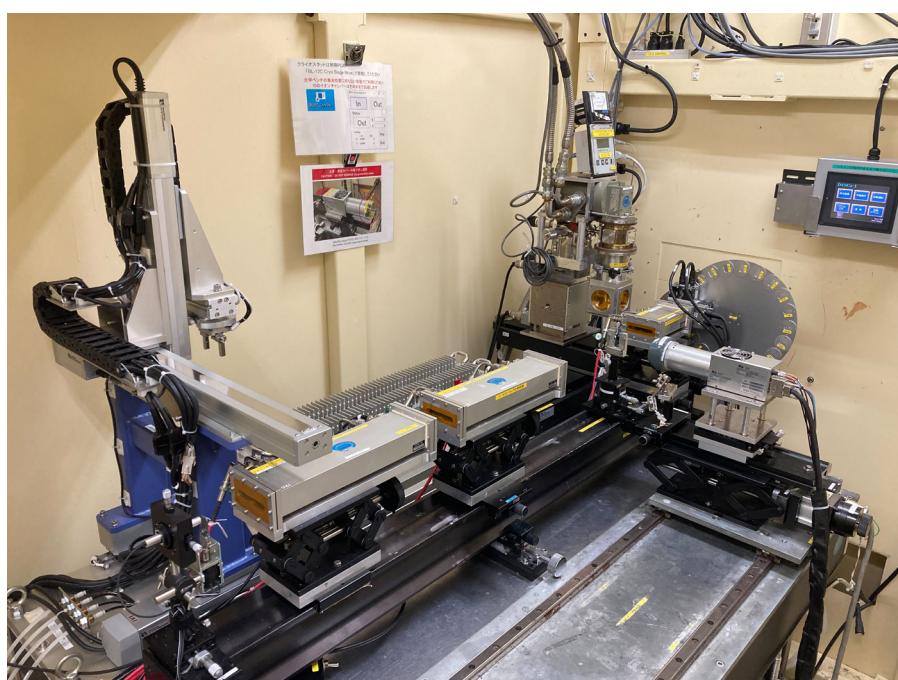


図 1 BL-12C 実験ハッチ内

BL-15A1 : XAFS (セミマイクロビーム) 実験ステーション

丹羽 尉博¹、仁谷 浩明¹、阿部 仁^{2,3}、木村 正雄²

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ 茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

BL-15A1 のビームライン光学系は、短周期アンジュレーターから供給される光エネルギー 2.1 ~ 15 keV の大強度 X 線を各種ミラーで 20 μm に集光して供給する [1]。このエネルギー領域には 3d 遷移金属元素 K 端や希土類元素 L 端など材料科学で基礎となる元素、P (リン) や S (硫黄) といった環境科学や高分子材料で重要な元素が含まれ、さまざまな元素に着目した分析を行うことができる。BL-15A1 は図 1 に示すような多彩な検出器群を備えており、透過 X 線、蛍光 X 線、X 線回折パターンの同時測定が可能である。試料中の特定の領域の X 線吸収 (XAFS) スペクトルを測定したり、試料位置をスキャンして試料中に含まれる微量元素の分布を観察したりすることができる。また試料位置と光エネルギーの両方をスキャン、あるいは回折パターンのスキャンをすることで、元素分布だけからは判別できない化学状態や結晶構造を識別し、その

分布を可視化することができる (図 1 右)。

そのほか全反射 XAFS 法や分光結晶を用いた高分解能蛍光 X 線測定など、20 μm に集光された大強度 X 線を利用することで可能になる先鋭的な測定法の実施にも対応している。

2. 整備開発および運用状況

BL-15A1 は、2014 年度秋からユーザー供用を開始した。大強度 X 線を室温や光エネルギーなどによらず常に試料上の同じ場所に照射するには、ビームライン光学系にさまざまな工夫が必要となる。これまで二結晶分光器の定位出射性や集光ミラー調整方法の再検討を中心に、ユーザー供用と並行してビームライン調整を継続してきた。その結果、図 2 に示すように 20 μm サイズに X 線が集光できていることを確認し、DECTRIS RIGI によるビーム位置検出とフィードバック処理によって、測定範囲のエネルギーを変化

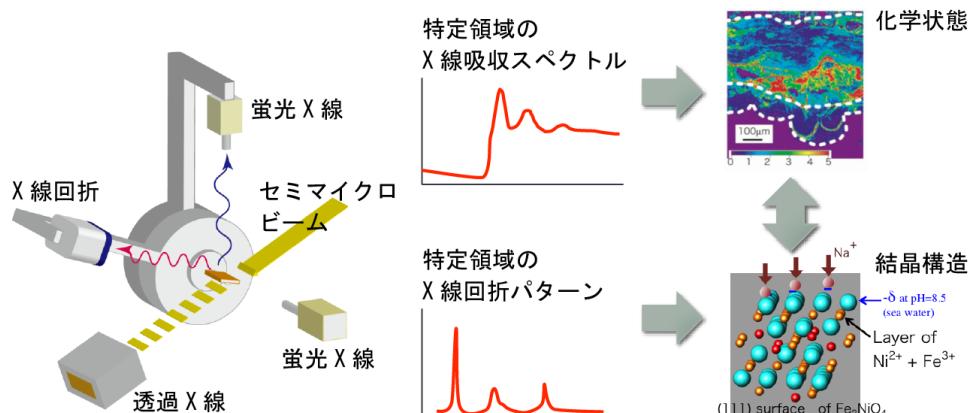


図 1 BL-15A1 で行われる測定の模式図。透過・蛍光・回折 X 線の測定が同時にでき、特定領域の X 線吸収スペクトルや回折パターンが得られ、化学状態や結晶構造の分布を可視化することができる。

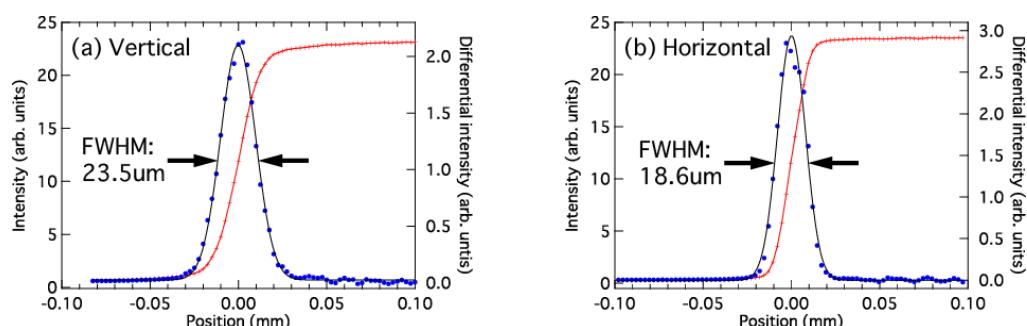


図 2 BL-15A1 試料位置で測定した、(a) 垂直方向、(b) 水平方向の X 線ビームサイズ。

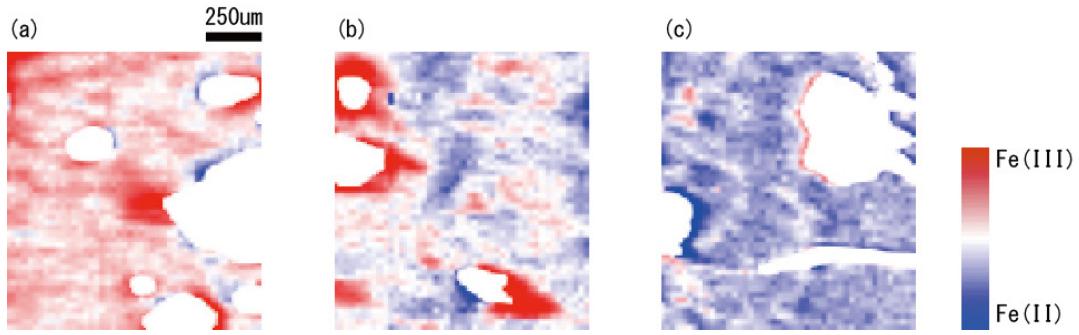


図3 BL-15A1 でのマッピング測定により得られた、鉄焼結鉱の還元反応における Fe の価数分布。(a) から (c) へ向かって、Fe の III 値から II 値への還元が進行している。

させた際のビーム位置ずれを垂直、水平とも $10 \mu\text{m}$ 未満に抑えることを可能にした。また、二結晶分光器駆動コントローラの更新により動作を高速化するなどの技術開発を行っている。

2024 年度には、半導体検出器からのデジタル信号処理において、蛍光 X 線シグナルと検出タイミングを同時に記録可能な高速信号処理 DSP (Digital Signal Processor) を整備した。これにより DSP の時定数に相当するマイクロ秒オーダーでの時間分解実験を実現した。この技術は既にユーザー実験に用いられており、高圧電場印加下や、レーザー照射下での比較的長寿命の励起種の状態観察に活用されている。また同様の DSP を有する汎用 XAFS ビームライン BL-9A、9C、12C、NW10A でも水平展開可能である。

測定に関わる制御ソフトウェア、解析技術の更新も継続して行っている。これまでに、高速に空間分布を取得するオン・ザ・フライ試料走査、高速に XAFS スペクトルを測定する分光器クイックスキャンを実装した。また、フリーの画像解析ソフトウェア（主に Image J）に独自開発のプラグインを組み合わせ、XAFS や蛍光 X 線のマッピングデータ、X 線回折像などの画像データの解析を可能にし、公開している。

このような解析の事例を、図 3 に示す [2]。ここで測定された試料は、鉄鋼の製造過程において溶鉱炉内部で還元される鉄焼結鉱である。蛍光 X 線を検出し、試料位置をスキャナするマッピングに加えて光エネルギーを Fe K 端のまわりで変化させることで、鉄の価数分布を得ることに成功した。焼結鉱全体で III 値から II 値への還元反応が進行していることに加え、還元反応の進行度合いは空孔・亀裂の分布に応じて局所的に異なる様子が可視化されており、これまで「想像」で語られてきた溶鉱炉内部の化学反応の分布に直接的な描像を与える結果が得られた。なお、本ビームラインの整備の一部、上記研究の一部（図 3）は、内閣府戦略的イノベーション創造プログラム（SIP）革新的構造材料（SM4I）のユニット D66（SIP-IMASM）での研究推進の一環として実施された。

また、環境科学・地球化学物質の微量元素の分布を捉え、さらに XAFS や XRD によって元素の吸着状況を分析するといった、BL-15A1 の大強度と複合分析を生かした研究

も行われている [3]。

3. ビームタイム利用状況

これまでのユーザー層は、BL 建設当初から深く関わってきた大学共同利用ユーザー、これまで BL-9A ほか旧物質化学グループビームラインでの XAFS 実験や、BL-4A でのマイクロビーム分析実験の経験があるユーザーを中心であった。しかしながら近年では、初心者課題を含め、これまで利用経験のない新規ユーザーの課題が増えており、BL-15A1 の認知度と高強度微小ビームのニーズが高まっていることが推測できる。さらに、XAFS という単独の分析手法で解決できなかった課題を、BL-15A1 のアプローチ（multi-scale, multi-modal）で取り組みたいとするニーズも増えてきている。

BL-15A1 の複合アプローチは、実材料開発の面でもニーズが高く、民間との共同研究が進められ、株式会社日立製作所による Li イオン電池セルの充放電状態の分析 [4]、日本製鉄株式会社による鉄鉱石の還元反応過程の分析、ENEOS 株式会社による潤滑材料の化学状態分布解析、富士フィルム株式会社による機能性薄膜の化学状態分布解析といった企業研究者の利用が活発に行われてきている。

4. 今後の展望

BL-15A1 の利用研究が学会などで報告されるにつれ、新規の利用申請や問い合わせが増加している。今後も測定の効率化、X 線ビームのさらなる安定化による調整負担の軽減を行い、増加する需要に応えていく。また、BL-4A の多層膜ミラーで得られる $30 \mu\text{m}$ のビームは強度が重要なユーザー向けのモードであり、BL-15A1 はその上位互換となるため移行メリットが大きいと考えられるが、ユーザーの移行は進んでいない。継続的に声をかけ、BL-15A1 への移行を促したい。

BL-15A1 はテンダーエネルギー領域で微小ビームを使用できる数少ないビームラインであるため、同エネルギー領域での計測の利便性を向上する開発を優先して進める。

引用文献

- [1] N. Igarashi, N. Shimizu, A. Koyama, T. Mori, H. Ohta, Y. Niwa, H. Nitani, H. Abe, M. Nomura, T. Shioya, K. Tsuchiya and K. Ito, *J. Phys.: Conf. Ser.* **425**, 072016 (2013).
- [2] M. Kimura, R. Murao, N. Ohta, K. Noami, Y. Uemura, Y. Niwa, K. Kimijima, Y. Takeichi and H. Nitani, *J. Phys.: Conf. Ser.* **712**, 012077 (2016).
- [3] H.-B. Qin, Y. Takeichi, H. Nitani, Y. Terada and Y. Takahashi, *Environ. Sci. Technol.* **51**, 6027 (2017).
- [4] H. Konishi, T. Hirano, D. Takamatsu, A. Gunji, X. Feng, S. Furutsuki, T. Okumura, S. Terada and K. Tamura, *J. Solid State Chem.* **258**, 225 (2018).

BL-27B：放射性試料用X線実験ステーション

宇佐美 徳子¹、横谷 明徳^{2,3}、岡本 芳浩⁴

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 量子科学技術研究開発機構 (QST)、

³ 茨城大学、⁴ 日本原子力研究開発機構 (JAEA)

1. 概要

BL-27B は、偏向電磁石を光源とする X 線ビームラインであり、プランチの軟 X 線ビームライン BL-27A とともに非密封 RI 管理区域（放射光アイソトープ実験施設）内に設置され、放射性同位元素（RI）および核燃料物質を試料として用いることができる。日本原子力研究開発機構 JAEA（当時は日本原子力研究所）と高エネルギー加速器研究機構 KEK（当時は高エネルギー物理学研究所）の共同で建設され、1992 年度から運用が開始された。ビームラインコンポーネントの多くは JAEA 所有であったが、KEK に譲渡され、2019 年度からは、放射線生物ユーザーグループおよび原子力基盤研究ユーザーグループによって運営されるユーザーグループ運営ステーションとなった。2024 年度は 2 期目の最終年度にあたるが、次年度以降も更新の予定で準備を進めている。

実験ハッチ内には上流側に XAFS 測定装置、下流側にマイクロビーム X 線細胞照射装置が常設されており、簡単な作業で装置を切り替えて使用することができる。上流の XAFS 測定装置は、透過法および多素子 SSD による蛍光 XAFS の測定が可能である。下流のマイクロビーム X 線細胞照射装置は、シリコン結晶の(311)面を利用して 5.35 keV の X 線を上方にはね上げ、蛍光顕微鏡自動ステージ上の細胞試料に下方から照射する。マイクロビームは、精密スリットでビームを成形することにより作成しているため、任意のサイズの矩形のビームが得られる。また、遮蔽用 X 線マスクを併用することにより、細胞核の部分を遮蔽し細胞質にのみ照射できるビームを作ることができる。

この他に定盤上や下流側の装置のすぐ上流の空いたスペースに任意の装置を設置することができる。常設ではないが、PF 所有の装置として、エネルギー可変マイクロビーム細胞照射装置、単色 X 線照射装置などがあり、これらの装置の利用も可能である。

2. 整備開発および運用状況

BL-27 はビームライン建設から 20 年以上を経過し、老朽化による機器の故障が増えてきているが、ユーザーグループの協力により機器の更新や修理が行われている。2024 年度は老朽化したイオンチェンバー、電流アンプなどがユーザーの外部資金により確保され、順次入れ替えを行っている。検出器等の高度化も順次進めている。

3. ビームタイム利用状況

全ビームタイムのうち、マイクロビーム細胞照射実験などの生物関連実験が約 1/3 で、残りの 2/3 が XAFS 実験である。どちらのカテゴリーの課題にもほぼ希望どおり配分できている。XAFS 課題の 90% が原子力分野（除染・環境修復なども含む）であり、ビームラインの特色を活かした利用がされていると言える。RI・核燃料物質の利用実験は、4 課題により合計 792 時間（12 回）実施された。

4. 今後の展望

BL-27B に常設のマイクロビーム X 線細胞照射装置は、スリットと遮蔽用 X 線マスクの利用により X 線によるエネルギー付与の空間分布を任意に設定することが可能であり、最近では空間的に不均一な照射を受けた細胞の生物応答など、がんの放射線治療や不均一被ばくのリスク評価の基礎となる研究にも利用が広がっている。CREST「独創的原理に基づく革新的光科学技術の創成」に採択された「光を用いたヒト生体深部での分子制御」に関する成果 [1] に関しては、BL-11において、X 線誘起反応を同時測定する 2 ビーム利用実験に発展する計画を立てている。また、BL-27A と合わせて広いエネルギー領域が利用できることを利用した放射線化学に関する成果も得られている [2]。引き続き多様なニーズに対応できるように実験環境を整備して行きたい。

XAFS 分野では、福島第一原子力発電所の廃炉に関する研究やガラス固化体などの放射性廃棄物処理に関する研究課題があり、核燃料試料を利用した実験も活発に実施されている。人材育成の観点から、学部学生を含めた学生の利用も奨励しており、使用済み核燃料の再処理に関する大学院生の研究が 2024 年 3 月の量子ビームサイエンスフェスタで学生奨励賞を受賞し、PF ニュースに論文が掲載された [3]。燃料デブリをはじめとする多元素からなる不均一な多相系の試料は、マイクロビームの利用が不可欠であり、ビームラインの特徴を活かした実験として、廃炉対策を中心とした原子力関連研究を引き続き推進する。

引用文献

- [1] M. Ohara *et al.*, Radiat. Phys. Chem. **216**, 111394 (2024).
- [2] S. Nakagawa *et al.*, Radiat. Phys. Chem. **214**, 111304 (2024).
- [3] 算輪一希 他, PF News 42, No.3, 15 (2024).

AR-NW2A：時間分解 DXAFS/X 線顕微鏡

丹羽 尉博¹、阿部 仁^{2,3}、森 丈晴¹、仁谷 浩明¹、木村 正雄²

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ 茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

AR-NW2A はアンジュレーター光源から得られる大強度の単色および白色 X 線を自由に利用できるビームラインである。ビームラインで整備しているユーザー共用装置としては波長分散型 XAFS (Dispersive XAFS : DXAFS) および通常の XAFS があり、特に時間分解 DXAFS に関する研究に注力している。DXAFS を用いた時分割 XAFS 測定ではミリ秒からマイクロ秒の時間分解能での連続測定の他に、パルスレーザーなどの外的刺激と DXAFS とを組み合わせ PF-AR から得られる X 線パルスの時間構造を利用したナノ秒からサブナノ秒での超高速時間分解 XAFS 測定が可能である。前者は不均一触媒のガス反応メカニズムの解明など Quick XAFS の時間分解能では不十分だが比較的遅い反応系に適用される。後者は繰り返し可能な系を対象として光触媒、錯体などの光励起化学種の状態解明などに使用される一方で、材料の破壊や衝撃圧縮などの不可逆な過程の反応ダイナミクス解明にも力を発揮している [1-3]。本ビームラインではユーザーの持ち込み装置にも柔軟に対応している。このため汎用的な XAFS 測定以外の特殊な実験が多いのが特徴である。ユーザーは自身の実験装置を持ち込むことによって測定手法を縛られることなく大強度の単色もしくは白色 X 線を自由に使用することができる。2021 年 5-6 月期の運転をもってユーザー持込装置として実験が行われていた X 線回折のアクティビティが全てタンパク質結晶構造解析ビームライン群に移行された。

2. 整備開発および運用状況

AR-NW2A では PF スタッフが中心となってナノ秒からサブナノ秒で進展する構造変化を解明するためのシングルショット DXAFS システムと、マイクロメートルからナノメートルオーダーの X 線顕微分光システムの整備を進めている [4-7]。時間分解 DXAFS では、パルスレーザー、CW レーザーと DXAFS システムを組み合わせた不可逆反応の観察を行うための環境整備を進めており、炭素鋼の温度誘起相変態のメカニズムや金属の破壊の起点解明などの分野で成果を上げている [2, 3]。

X 線顕微分光では、2021 年度第二期より投影型二次元イメージング XAFS システムを導入し運用を開始した。これは非集光の幅広ビームを試料に照射し、透過した X 線を二次元検出器で一度に検出する手法であり、8 mm × 3 mm 程度の視野の X 線吸収マップを 10 μm 以下の空間分解能で一度に取得できるようになった。この手法は原理的に透過法に限定されるが、試料を走査することなくビーム

照射領域のイメージを一度に取得するため測定時間を大幅に短縮できる。例えば、0.5 mm × 2 mm の視野の二次元 XAFS イメージを BL-15A1 の試料走査型システムで測定すると約 12 時間を要するが、AR-NW2A のシステムでは約 8 分で終了する。2022 年度には制御システムの最適化により更に測定時間が短縮し、約 5 分で二次元 XAFS イメージングデータを取得できるようになった。また、学術変革領域研究「データ記述科学」[8] での X 線顕微法の高度化の一環として、将来のサブミクロノンスケールへの展開を見据え、微小空間分解計測の根幹となる X 線顕微鏡用の高精度かつ高剛性（高安定）な多機能定盤を導入した。2016 年度末に戦略的イノベーション創造プログラム（内閣府、Cross-ministerial Strategic Innovation Promotion Program : SIP、KEK 機関代表者：木村正雄教授）革新的構造材料分野の先端計測拠点構築の一環として導入された最高 50 nm の空間分解能を持つ X 線顕微鏡（XAFS-CT）[4-7] は 2018 年度でプロジェクトでの使用期間を終え、S2 型及び G 型課題での共同利用実験および民間企業との共同研究が展開されている。

2024 年 5 月に本顕微鏡の試料ステージに重大な故障が発生し CT 計測ができなくなるトラブルが発生した。このため、2024 年 5-6 月期の X 線顕微鏡の全ユーザーのビームタイムをキャンセルし、2024 年 10 月に同装置の修理を実施した。しかしながらその後、CCD カメラ本体、結像用 Zoneplate ステージなどに不具合が見つかり、都度修理を実施している。本装置導入から 8 年が経過し、使用頻度の高い部位での不具合が一通り出て、現状ではそれらにおおよそ手を入れた状態である。今後は予防的な機器の交換を実施しつつ安定運用ができるよう計画的な整備を行う。

3. ビームタイム利用状況

本ビームラインでは既述のとおり持込装置と光学系モード（白色、単色、集光、非集光など）が多いため装置入替とビームライン光学系調整の頻度が非常に高い。このためこれらに費やされるビームタイムが多く、実質的な利用可能時間が短くなるという問題点がある。

また、計測手法の性格上、いずれの実験においても、特殊なセットアップや in situ 環境の構築に時間を要するため各課題からの 1 回の要求ビームタイムが長いのが特徴である。そのため、本ビームラインで有効な課題（S2 型 1 件を含む）は、他の XAFS ビームラインと較べて高評点の課題が多いにもかかわらず配分できない課題が存在するという厳しい状況が続いている。これは汎用性と自由度の高い

high-flux ビームラインへの潜在的なニーズの高さを示していると考えている。しかし、近年では PF-AR の運転時間の減少のため、チャレンジングな研究課題にじっくりと取り組むことが困難になり、AR-NW2A の有効課題が減少し、結果として配分率が 100% に近い状況である。これは AR-NW2A での潜在的なニーズ、アクティビティを損なうものであり非常に危機感を感じている。チャレンジングな研究課題に取り組むことは将来の成果創出のために不可欠であり、競争力のある課題が共存し成果創出できるための、ハード (ex. 測定のハイスループット化) およびソフト (ex. 重点領域テーマ制度) の両面での対策を検討中である。

4. 今後の展望

投影型二次元イメージング XAFS システムのさらなる高速化を図る。現在のシステムでは計算結合型の二結晶分光器の動作速度が律速になっており、分光器を連続掃引する on the fly システムを実装することでさらなる計測の高速化を実現したい。

ビームラインの競争力強化に関しては放射光施設スタッフが主導的に実施する研究の充実化を図る。導入された X 線顕微鏡を活用して航空機をターゲットとした構造材料の亀裂発生のメカニズムを解明する拠点としての役割も引き続き担っていきたい。さらに材料のみでなく、地球惑星学や岩石学といった分野での展開も進めていく。また X 線顕微鏡を用いた研究で得られるビッグデータを解析するための環境整備についても、材料科学研究部門等と連携して進

めていく。時間分解 XAFS では CW レーザーを用いた鋼の温度誘起相転移の解明に関する研究をさらに進めることにより、鉄鋼材料の高付加価値化に不可欠な要因を明らかにする。AR-NW2A では X 線分光法をベースとして空間および時間のふたつの切り口から物質、材料の成り立ちや機能発現の起源を解明することに注力し、その分野をリードする土壤を創出する。

引用文献

- [1] Y. Niwa, T. Sato, K. Ichiyanagi, K. Takahashi and M. Kimura, High Pressure Research **36**, 471 (2016).
- [2] Y. Niwa, K. Takahashi, K. Ichiyanagi and M. Kimura, Materials Transactions **62**(2), 155 (2021).
- [3] Y. Niwa, K. Takahashi, T. Sato, K. Ichiyanagi, H. Abe and M. Kimura, Materials Science and Engineering: A, **831**, 142199 (2022).
- [4] Y. Niwa, Y. Takeichi, T. Watanabe and M. Kimura, AIP Conference Proceedings **2054**, 050003 (2019).
- [5] Y. Takeichi, T. Watanabe, Y. Niwa, S. Kitaoka and M. Kimura, Microsc. Microanal. **24**(S2), 484 (2018).
- [6] M. Kimura, T. Watanabe, Y. Takeichi and Y. Niwa, Sci. Rep. **9**, 19300 (2019).
- [7] T. Watanabe, Y. Takeichi, Y. Niwa, M. Hojo and M. Kimura, Compos. Sci. Technol. **197**, 108244 (2020).
- [8] <https://data-descriptive-science.org/>

AR-NW10A : XAFS（高エネルギー）実験ステーション

城戸 大貴¹、仁谷 浩明²、丹羽 尉博²、松岡 亜衣²、阿部 仁^{1,3}、木村 正雄¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³茨城大学 大学院理工学研究科

1. 概要

AR-NW10A は 6.5 GeV または 5 GeV で運転される PF-AR を光源とした XAFS 実験ステーションであり、2.5 GeV の PF リングにおける XAFS 実験ステーションよりも高い 20 keV 以上のエネルギー域での実験をターゲットにした実験ステーションである。PF/PF-AR において利用可能な唯一の高エネルギー域対応 XAFS 実験専用ステーションであるため、種々の XAFS 実験が可能な汎用 XAFS ビームラインとして整備している。他の XAFS ステーションの整備状況に合わせて AR-NW10A にも同様の装置を追加していくことで、低エネルギーから高エネルギーまでの XAFS 実験をシームレスに実施することが可能である。例えば、BL-9C と同様の *in situ* 実験支援用のガスフロー・試料セルコントロールシステムや、BL-12C と同等の多素子半導体検出器用高速信号処理システムなどが導入されている。これにより、他の XAFS 実験ステーションと同じ実験環境で、より高エネルギー域での XAFS 測定が可能になっている。

2. 整備開発および運用状況

ステーションでは PF 共通の XAFS 測定システムに加え

て、常設設備として以下のものを準備している。

- 21 素子ピクセルアレイ型 Ge-SSD
- 高速パルスカウント測定 (QXAFS) 対応 Ge-SSD 用 DSP
- *in situ* 実験支援用特ガス混合ガスフローおよび試料セル加熱システム

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム配分は他の XAFS 実験ステーションとともに一括して割り当てを行っている。AR-NW10A は、利用可能エネルギー範囲である 8 ~ 42 keV (14 keV 以下は高調波抑制ミラー使用時) においてほぼ全ての XAFS 実験を受け入れ可能である。企業ユーザーの割合も多く、ステーションの利用率はほぼ 100% となっている。

PF-AR の 5 GeV 運転時においても通常通りの実験が実施可能である。

4. 今後の展望

リモート測定システムの導入やメールイン代行測定サービスの運用などを検討している。



図 1 AR-NW10A 実験ハッヂ内

BL-1A：タンパク質結晶構造解析ステーション

松垣 直宏¹、引田 理英²、平木 雅彦³、千田 俊哉²

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ 共通基盤研究施設 機械工学センター

1. 概要

BL-1A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。ターゲットタンパク研究プログラム（2007 – 2011）のもと建設され 2010 年よりユーザー公開されている。4 keV 近傍の低エネルギービームを利用した Native SAD 法による位相決定（タンパク質に本来含まれるイオウ等の軽原子の異常散乱を利用した位相決定）を効率よく遂行できるビームラインとして整備・開発が行われている。短周期アンジュレータ光源と非球面集光光学系により試料位置で 10 ミクロロン程度の大きさの高輝度ビームが利用可能であるため、微小結晶の回折実験に適したビームラインとなっている。また、測定を完全なヘリウム雰囲気で実行できるなど、低エネルギービームを用いた実験に最適化されている。検出器は高いフレームレートを持つピクセルアレイ型検出器（Dectris 社製 EIGER X 4M、有効面積 155 × 163 mm、2 台）で、2 台を V 字配置に切り替えることで高分解能データの収集も可能となっている。

2. 整備開発および運用状況

共同利用実験課題や創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム（BINDS）プロジェクトなどの学術利用及び産業利用において、全自动測定やリモート実験といった非来所実験のサポートを行っている。

2024 年度は、2023 年度に開発した不純ガス吸着塔ユニットをヘリウムガス循環ラインに組み込み、実際の運用に供しつつ、その特性テストを行った。従来の吸着塔ユニットに比べ閉塞するまでの時間が長く、かつ急激な閉塞を起こさないという特徴があり、再生時間も約 30 分以内に大幅に短縮された。クライオ気流を 30K 付近で連続運転す

るためににはガスの純化能力を高める必要があるが、新吸着塔ユニットの有用性が確認された。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、BL-1A では主に微小ビームを必要とするユーザーに配分が行われた。低エネルギービームの利用に関しては、native SAD 実験は減少し、一方で、結晶中の軽原子の同定測定や、MR-native SAD（分子置換法に異常分散情報を加えた位相決定法）測定が行われた。

ビームタイムの利用形態としては大学・公的研究機関からの共同利用実験課題による利用のほか、BINDS 事業の支援としての利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。BINDS 事業には他ビームラインよりも大きな割合（10 ~ 20%）でビームタイムを配分し、支援のためのビームタイムに加え、低エネルギービームの手法開発等を目的とした高度化ビームタイムとしても利用された。BL-1A ではサンプル交換にロボットの利用が必須であるため、ユーザー実験の 9 割近くが全自动測定またはリモート実験として行われた。

4. 今後の展望

ヘリウム環境による低バックグラウンド、低エネルギー X 線、微小ビームなど、BL-1A の特徴を生かした利用を拡大する。低エネルギー X 線による結晶中の軽金属原子の同定法の開発、ミニカッパーゴニオを用いた多点測定による全自动測定の実現に取り組んでいきたい。常時 30 K 付近での測定環境の実現に向けて、システム開発を継続する。

BL-5A：タンパク質結晶構造解析ステーション

松垣 直宏¹、引田 理英²、平木 雅彦³、千田 俊哉²

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ 共通基盤研究施設 機械工学センター

1. 概要

BL-5A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。文部科学省科学技術振興調整費、文部科学省新世紀重点創生研究プラン (RR2002) およびタンパク 3000 プロジェクトの予算により建設され、2004 年度よりユーザー公開されている。多極ウェイグラーを光源とし、前置鏡、二結晶分光器、および擬似トロイダル鏡による光学系により 7 ~ 17 keV の幅広い波長範囲で 100 ~ 200 ミクロンサイズの高フレックスビームが利用できる。回折計横にはサンプルチェンジャーが常設されており、200 ~ 300 個の凍結試料を自動で交換することが出来る。様々な原子種からの多波長異常分散法による位相決定や、平均サイズのタンパク質結晶からのハイスループット測定等に適したビームラインである。当初から大面積の X 線 CCD 検出器 (ADSC 社製 Quantum 315、有効面積 315 × 315 mm) や高精度のゴニオメータを備え、高分解能データ収集することにも利用してきた。2017 年度に X 線検出器がピクセルアレイ検出器 (Dectris 社製 PILATUS3 S6M、有効面積 423.6 mm × 434.6 mm) に更新されると同時に回折計も一新された。

2. 整備開発および運用状況

共同利用実験課題や創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム (BINDS) プロジェクトなどの学術利用及び産業利用において、全自動測定やリモート実験といった非来所実験のサポートを行っている。

分光器を冷却する液体窒素循環装置の冷凍機 (CRYOMECH AL600-CP1114) が 2024 年秋から起動でき

なくなり、液体窒素の継ぎ足しによる運転が行われた。不具合原因の調査と対応に時間を要したが、最終的には 2024 年度第 3 期、コールドヘッド駆動用のドライバおよび電源ユニットの交換で復旧した。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、BL-5A では主に標準的な大きさ (100 ~ 200 ミクロン程度) の結晶を持つユーザーに配分が行われた。

ビームタイムの利用形態としては大学・公的研究機関からの共同利用実験課題による利用のほか、BINDS 事業の支援としての利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。5 本のビームライン全体では、全自动測定、リモート実験、来訪実験がそれぞれ 1/3 程度であったが、BL-5A では 6 割以上が来訪実験であった。室温測定や、MOF 結晶などの中分子結晶解析など、サンプル交換にロボットを利用しない実験がそのほとんどを占めた。

4. 今後の展望

標準的な試料の全自动測定の効率化を更に進め、低・中分子結晶の測定に対しても適用を広げる。データの完全性を高めるためのミニカッパーゴニオメータを、現在の手動方式のものから自動軸で構成されたものに置き換える。

大面積検出器による高分解能測定、湿度気流下での室温測定、光照射など特殊環境下での測定等、ビームラインの特徴を生かす測定をサポートしていく。

BL-17A：タンパク質結晶構造解析ステーション

引田 理英¹、松垣 直宏²、平木 雅彦³、千田 俊哉¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³共通基盤研究施設 機械工学センター

1. 概要

BL-17A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。短周期アンジュレータを光源とし、選択可能な波長範囲は、0.9 ~ 2.1 Å で、試料位置では 20 ~ 50 μm 角程度のサイズのビームを利用することが可能で、主に小さな結晶からのデータ収集を行うことを目的としたビームラインである。また、通常の水平方向のゴニオメータに加えて、鉛直方向の結晶化プレート専用のゴニオメータを備えており、結晶化プレート上の結晶に対して直接 X 線を照射して回折像を取得する in-situ 回折データ測定が可能である。

2. 整備開発および運用状況

共同利用実験課題や創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム (BINDS) プロジェクトなどの学術利用及び産業利用において、全自動測定やリモート実験といった非来所実験のサポートを行っている。

In-situ 回折データ収集の需要が増してきたこともあり、より迅速かつ簡便にデータ収集が行えるよう自動化開発を続けている。2023 年度には協働ロボットを用いたプレート交換ロボット (図 1) の開発や制御ソフトウェア VERGOMAN2 導入により、プレートチェンジャーを使用した実験をユーザーが実施可能となり、実際にリモート実験を行った。2024 年度には実際の運用で露見したバグ等について、修正を行いながら開発を進めた。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、その中で微小ビームが必要とするユーザーに BL-17A のビームタイム配分が行われた。広範囲な波長が選択可能であることやより大面積の検出器を備えていること、さらに回折計へのアクセスが可能であることなどが、同様に微小ビームが利用可能なタンパク質結晶構造解析ビームラインである BL-1A と相補的で、施設全体でのタンパク質結晶構造解析実験の適用範囲を広げている。利用形式としては大学・公的研究機関からの共同利用実験課題による利用のほか、BINDS 事業の支援としての利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。実験スタイルは全自動測定、リモート実験、来訪実験がそれぞれ 1/3 程度を占めた。

4. 今後の展望

回折データ測定の更なるスループット向上を目指して、結晶交換ロボットの高速化、回折データ測定の高速化、構造解析の自動化などがタンパク質結晶構造解析ビームライン全体で進められている。これらの技術を滞りなくビームラインへと実装する。プレート交換ロボットの安定化・高速化や、AI 技術等を用いた画像解析による結晶の自動検出等の開発を行い、in-situ データ収集の自動化を目指すとともに、タンパク質結晶構造解析実験における結晶化から構造決定までの全自動パイプラインの実現に向けて開発を行う。

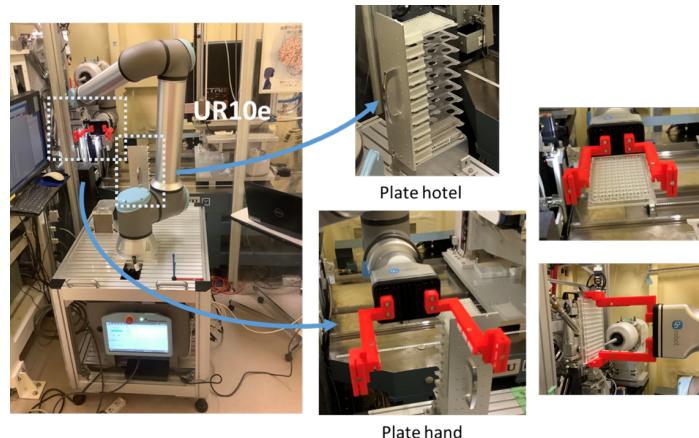


図 1 協働ロボットを利用した自動結晶化プレート交換システム。プレート交換システムは 10 枚の結晶化プレートを搭載可能なプレートホテルと 2 つの方向で結晶化プレートが保持可能なプレートハンドを備えている。

AR-NE3A：タンパク質結晶構造解析ステーション

松垣 直宏¹、引田 理英²、平木 雅彦³、千田 俊哉²

¹物質構造科学研究所 放射光実験施設、²物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³共通基盤研究施設 機械工学センター

1. 概要

AR-NE3A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。2009 年にアステラス製薬株式会社（アステラス製薬）からの受託研究により建設された本ビームラインは、創薬研究のためのビームラインとして多量の試料からの回折データセットを全自动で取得することを目的として開発、運用がなされている。アンジュレータ光源による 7 ~ 17 keV、50 ~ 200 ミクロンサイズの大強度ビーム、最大約 600 個の試料を一度にセットできる大容量のサンプルデュワー、高速高精度での回折データ測定が可能なピクセルアレイ型検出器 (DECTRIS 社製 PILATUS 2M-F) を特徴としている。

2. 整備開発および運用状況

共同利用実験課題や創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム (BINDS) プロジェクトなどの学術利用及び産業利用において、全自动測定やリモート実験といった非来所実験のサポートを行っている。

2024 年 5 月、ビームラインが光軸から水平方向に大きく異なっており、フロントエンドスリットの開口を大きく取ることができないことが判明した。これを受け 6 月上旬、水平方向に約 0.1 mrad ビームラインに合わせるかたちで光軸変更を行った。結果として、試料位置でのビーム強度が 1 ~ 2 割向上した。2024 年 6 月上旬、分光器を冷却する液体窒素循環装置の冷却能力が急激に低下したため、上流スリットの開口を狭め熱負荷調整し、ビーム強度を制限して利用せざるを得ない状況となった。夏の停止期間中の定期メンテナンスで冷却能力は回復し、秋以降は通常通りの運転が可能となった。

3. ビームタイム利用状況

2009 年より開始したアステラス製薬との協定研究による同社の専有利用は本ビームラインを中心に行われた。残りのビームタイムは他の 4 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインと同様に、まとめて利用希望調査および配分がなされた。ビームタイムの利用形態としては大学・公的研究機関からの共同利用実験課題による利用のほか、BINDS 事業の支援による利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。

元々全自动測定を目的としたビームラインであるため、全自动測定の実験スタイルを希望するユーザーを優先的に配分した。これまで毎週金曜日を全自动ビームタイムとして確保し、共同利用実験課題を対象とした随時ビームタイム利用に供していたが、2024 年度秋以降は全ビームライン共通のラピッドアクセスビームタイムとしての配分方式に統合された。

4. 今後の展望

AR-NE3A は大強度ビームによるハイスループット測定が可能なビームラインである。しかしながら、近年のタンパク質結晶構造解析ビームライン全体としての利用時間の低下、およびビームラインスタッフのマンパワーの集中の観点から、2025 年度以降 AR-NE3A のビームタイムのユーザー配分を当面停止する予定である。構造生物学研究センターでの議論を経て、PF 執行部や施設スタッフ、ビームタイム配分委員会で説明を行いました承された。一方で、企業による大口利用や教育目的での利用など、新たなビームライン利用形態を模索していく。

AR-NW12A：タンパク質結晶構造解析ステーション

引田 理英¹、松垣 直宏²、平木 雅彦³、千田 俊哉¹

¹物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、²物質構造科学研究所 放射光実験施設、

³共通基盤研究施設 機械工学センター

1. 概要

AR-NW12A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つで、2003 年度から稼働している。試料位置では 100 ~ 200 ミクロンサイズの高フラックスビームが利用でき、回折計横にはサンプルチェンジャーが常設されており、200 ~ 300 個の凍結試料を自動で交換することが可能である。様々な原子種からの多波長異常分散法による位相決定や、平均サイズのタンパク質結晶からのハイスループット測定等に適したビームラインである。検出器は、2017 年度よりピクセルアレイ型検出器（DECTRIS 社製 PILATUS3 S2M、有効面積 253.7 mm × 288.8 mm）に更新されており、検出器の特性を活かした高速高精度な測定が可能となっている。

2. 整備開発および運用状況

共同利用実験課題や創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム（BINDS）プロジェクトなどの学術利用及び産業利用において、全自动測定やリモート実験といった非来所実験のサポートを行っている。

AR-NW12A では、近年需要が増えてきた無機・有機の低中分子結晶測定に対応するため、より高分解のデータ収集を目指した開発を行っている。具体的には、より高エネルギーの X 線が利用できるように集光ミラーの更新を進めている。また、高エネルギー利用に合わせた検出器の更新も予定しており、高エネルギー側でも量子効率の高い CdTe センサーを搭載した DECTRIS 社製の PILATUS4 X CdTe 2M を調達した（図 1）。

実験ハッチ内に導入した深紫外レーザーを用いたタンパ

ク質結晶加工機については、新規で開発した吊り下げ式ゴニオメータの導入や、結晶輸送ロボットとして使用する協働ロボットの設置が完了している。また、導入したロボットハンドを使用した動作テストは完了しており、協働ロボットを使用した新ゴニオメータへの結晶マウントプログラムの開発を進めている。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、主に AR-NW12A では標準的な大きさ（100 ~ 200 ミクロン以上）の結晶を持つユーザーへの配分が行われた。また、試料周りの自由度を活かし、特殊セルやキャピラリ一封入された試料の室温測定や、レーザー照射による結晶の時分割実験なども行われた。

ビームタイムの利用形態としては大学・公的研究機関からの共同利用実験課題による利用のほか、BINDS 事業の支援としての利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。5 本のビームライン全体で、全自动測定、リモート実験、来訪実験がそれぞれ 1/3 程度を占めた。AR-NW12A では特殊セルの使用やレーザー照射実験といった結晶交換ロボットを使用しない実験が多く、9 割以上が来訪実験であった。

4. 今後の展望

標準的な試料のハイスループット測定の効率化を進めるとともに、特殊環境下での測定等、ビームラインの特徴を生かした測定を積極的にサポートしていく。

高エネルギー対応については、2025 年度の秋に新検出器や新ミラーをビームラインへ導入し利用環境の整備を進める。

タンパク質結晶加工機については、結晶輸送ロボットの動作を制御するためのプログラムの開発を進め、X 線回折実験と結晶加工をシームレスに利用できる環境の構築を目指す。



図 1 2024 年度に調達した DECTRIS 社の PILATUS4 X CdTe 2M

BL-6A : X 線小角散乱ステーション

高木 秀彰¹、森 丈晴¹、永谷 康子¹、谷田部 景子²、高橋 正剛²、西條 慎也³、中村 文俊³、

羽方 望³、仁谷 浩明¹、石井 晴乃¹、小菅 隆¹、松垣直宏¹、五十嵐教之¹

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ (株) 日本アクシス

1. 概要

BL-6A は偏光電磁石によって X 線を発生させ、X 線小角散乱 (SAXS) 実験を行う専用のビームラインである。波長は 1.5 Å と固定で、カメラ長は 250、500、1000、2000、2500 mm の中から利用できる。また WAXS 用検出器を搭載した真空チャンバーを利用することで、一度に広い q レンジが測定できる SAXS/WAXS 同時測定が可能である。他の小角散乱ビームライン BL-15A2、BL-10C と比較した場合、輝度に関してはアンジュレーターが挿入光源となっている BL-15A2 には及ばないが、BL-10C に比べると 2 倍程度となっている。一方、光学系配置よりビームの発散度が大きいため、小角分解能に関してはカメラ長が長くなるにつれて他の 2 本よりもやや劣る性能となっている。性能の詳細は小角散乱ビームラインの HP (<https://pfwww.kek.jp/saxs/>) にて公開している [1-2]。

2. 整備開発および運用状況

BL-6A は他の 2 本の小角散乱ビームライン (BL-10C、BL-15A2) と共同運用されているため、各所の高度化などは共通で実施している。

測定試料は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っている。2024 年度は、ビームタイムの 59.9% が材料科学 (ソフト&ハードマテリアル)、19.2% が脂質・生体線維試料、2.3% が BioSAXS (タンパク質 X 線溶液散乱)、残り 18.6% は施設の調整や留保時間であり、材料を中心としたユーザーが多いのが特徴である。加熱冷却装置を利用した測定や、引張試験機、斜入射 (GI) ステージを使った測定が多い。

SAXS 検出器である PILATUS3 1M を制御する detector control unit (DCU) は検出器本体を購入した 2013 年度から使用しており老朽化していたため、2024 年度に新たなる DCU に交換した。BL-6A 実験ハッチ 2 階の 19 インチラック内に設置し (図 1)、旧 DCU は取り外し予備として保管している。

3. ビームタイム利用状況

BL-6A のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-10C、15A2 と一緒に配分を行なっている。基本的に評点に基づく傾斜配分を行なっており、時期によって異なるが、1 課題に対して最大で 72 時間、続いて 48、24 時間の順でビームタイム時間を配分している。BL-6A に関しては混雑具合がおおむね改善しており、希望通りの時間



図 1 BL-6A で更新された PILATUS3 1M の新 DCU

配分が行なわれ、空いた時間には再募集をかけている。ビームタイム開始時のセットアップは、平日・休日に関係なく基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などを自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-6A は光学系やスペースの問題から、測定波長が固定されているなど他の 2 本と比較して利用環境に幾つか制限があるが、その性能に合せて構築された実験系・装置系を用いる限りは不都合は無い。トライアル、講習会利用などにも活用するなど、今後も高精度なデータを安定的に計測できる測定環境を提供する計画である。

引用文献

- [1] N. Shimizu, T. Mori, N. Igarashi, H. Ohta, Y. Nagatani, T. Kosuge, and K. Ito, J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 202008 (2013).
- [2] H. Takagi, N. Igarashi, T. Mori, S. Saijyo, H. Ohta, Y. Nagatani, T. Kosuge, and N. Shimizu, AIP Conf. Proc. **1741**, 030018 (2016).

BL-10C : X 線小角散乱ステーション

高木 秀彰¹、永谷 康子¹、森 丈晴¹、谷田部 景子²、高橋 正剛²、西條 慎也³、中村 文俊³、

羽方 望³、仁谷 浩明¹、石井 晴乃¹、小菅 隆¹、松垣 直宏¹、五十嵐 教之¹

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、

³ (株) 日本アクシス

1. 概要

BL-10C は X 線小角散乱 (SAXS) 専用のビームラインで、偏向電磁石によって発生した X 線を利用している。波長は 0.89~1.77 Å が利用でき、カメラ長は 250、500、1000、2000、3000 mm が利用できる。また BL-6A よりも大きな検出面をもった WAXS 用検出器を搭載したチャンバーを利用することでき、SAXS/WAXS の同時測定が可能である。ビーム性能に関して他の小角散乱ビームライン BL-15A2、BL-6A と比較した場合、輝度に関してはアンジュレーターが挿入光源となっている BL-15A2 には及ばず、BL-6A の半分程度となっている。しかしながら、BL-10C は波長変更が可能なビームラインで、BL-15A2 が BL-15A1 との共存によりフルタイムでは利用できないことから、PF の小角散乱ビームラインの中では最も汎用度が高いビームラインとなっている。性能の詳細は小角散乱ビームラインの HP (<https://pfwww.kek.jp/saxs/>) にて公開している [1]。

2. 整備開発および運用状況

BL-10C は他の 2 本の小角散乱ビームライン (BL-6A、BL-15A2) と共同運用されているため、各所の高度化などは共通で実施している。

測定試料は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っている。2024 年度は、ビームタイムの 33.7% が材料科学 (ソフト & ハードマテリアル)、28.3% が脂質・生体線維試料、16.1% が BioSAXS (タンパク質 X 線溶液散乱) での利用になっており、残り 21.9% は施設の調整及び留保時間である。他の 2 つのビームラインと比較して BioSAXS ユーザーが多いのが特徴である。そのため、加熱冷却装置や引張試験機を使った in-situ 測定だけでなく、HPLC 装置を用いたゲルfiltration (Size-Exclusion Chromatography) によって試料溶液を単離・生成させながら SAXS 測定を行う SEC-SAXS の利用が多い。

2024 年 2 月に真空パスが破裂し、SAXS 検出器が破損する事故が起こった。この事故により検出器を構成する 24 個あるモジュールの内 5 個が破損し、検出器前面を覆うアルミマイラ膜も破損した。2024 年度はこの検出器の修理を行った。2024 年 10 月 24 日に故障したモジュールを 1 か所、2025 年 2 月 12 日に 3 か所交換した。また、修理作業中に不調なモジュール 1 か所も問題なく稼働するようになり、真空事故で故障したモジュールは全て問題なく稼働するようになっている。また同じ 2025 年 2 月 12 日に破損したアルミマイラ膜も交換し、真空事故前の状態までに戻

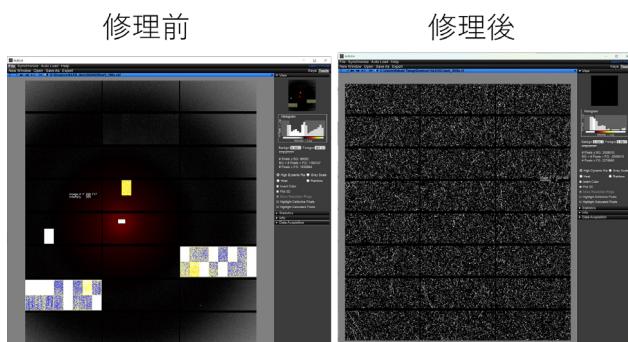


図 1 修理前後の二次元 SAXS イメージ。修理前の中央上から 5 段目の白い長方形は故障部ではなくダイレクトビームストップである。

すことができた。図 1 に修理前後の二次元 SAXS データを示す。

3. ビームタイム利用状況

BL-10C のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-6A、15A2 と一緒に配分を行なっている。基本的に評点に基づく傾斜配分を行なっており時期によって異なるが、1 課題に対して最大で 72 時間、続いて 48、24 時間の順でビームタイム時間を配分している。BL-10C は波長が変更できるため、非常に混雑したビームラインとなっている。ビームタイム開始時のセットアップは、休日平日に関係無く基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などは、自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-10C は最も汎用度が高く様々な試料分野に活用されているが、BioSAXS の利用割合が他よりも高く、SEC-SAXS システム利用と相まって、今後もこの傾向が続くと推測される。

引用文献

- [1] N. Shimizu, T. Mori, Y. Nagatani, H. Ohta, S. Saijo, H. Takagi, M. Takahashi, K. Yatabe, T. Kosuge, and N. Igarashi, AIP Conf. Proc. **2054**, 060041 (2019).

BL-15A2：高輝度 X 線小角散乱実験ステーション

高木 秀彰¹、永谷 康子¹、森 丈晴¹、谷田部 景子²、高橋 正剛²、西條 慎也³、中村 文俊³、羽方 望³、仁谷 浩明¹、石井 晴乃¹、小菅 隆¹、松垣 直宏¹、五十嵐 教之¹

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、

² 物質構造科学研究所 放射光科学第二研究系、³ (株) 日本アクシス

1. 概要

BL-15A2 は X 線小角散乱 (SAXS) 専用のビームラインで、ショートギャップアンジュレーターを挿入光源とし、広い波長が利用できる。実験ハッチ内下流側に一般的な試料が大気下で実験ができる汎用的な SAXS 回折計が設置されるとともに、上流側に 2.1~5 keV 程度のテンダー X 線専用の回折計が常設されている世界的にもユニークなビームラインである。汎用的な SAXS 回折計では 5~15 keV の X 線が利用でき、カメラ長は 250、500、1000、1500、2500, 3500 mm が利用できる。WAXS 検出器に関しては、他のビームラインよりも広い散乱角領域が測定できるものや、広い方位角領域が測定できるものが実装されており、WAXS 測定でも他のビームラインよりも優れた実験が可能である。ビーム性能に関しては、他の 2 本の SAXS ビームラインよりも平行度も輝度も高いため、PF 内で最も優れた性能を持った SAXS ビームラインである。性能の詳細は小角散乱ビームラインの HP (<https://pfwww.kek.jp/saxs/>) にて公開している [1,2]。

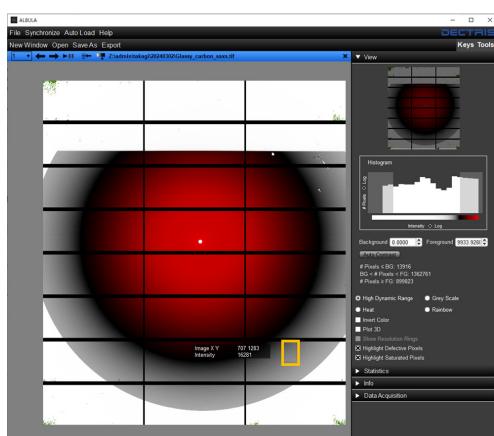
2. 整備開発および運用状況

BL-15A2 は他の 2 本の小角散乱ビームライン (BL-10C、BL-15A2) と共同運用されているため、各所の高度化などは共通で実施している。

測定試料は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っている。2024 年度は、ビームタイムの 60.4% が材料科学 (ソフト & ハードマテリアル)、11.5% が脂質・生体線維試料、5.7% が BioSAXS (タンパク質 X 線溶液散乱) での利用になっており、残り 22.4% は施設の調整及び留保時間である。テンダー X 線利用時には、上流側の回折計だけでなく、下流側の真空パスと連結させて使用することで極小角散乱測定も可能であり、一部ユーザーが利用している。加熱冷却装置や引張試験機を使った in-situ 測定だけでなく、HPLC 装置を用いたゲルfiltration (Size-Exclusion Chromatography) によって試料溶液を単離・生成させながら SAXS 測定を行う SEC-SAXS の利用が多い。ビーム径が他のビームラインと比較して小さいため、マイクロ流路を使った実験なども実施されている。また実験ハッチ内が広いため、大型の装置を持ち込んで実験するユーザーもいる。

BL-15A2 の PILATUS3 2M には一か所モジュールが不調な部分があった。2024 年度にはこの不調なモジュールを 2025 年 2 月 14 日に交換した。修理前後の二次元 SAXS 画像を図 1 に示す。不調であった右側下から 2 つ目のモジュールの不調は解消されたが、その代わりにその上の段の一番右端のサブモジュールに不調が発生した。ただし、一番端のため、実験に大きな影響は与えないと考えられる。

修理前



修理後

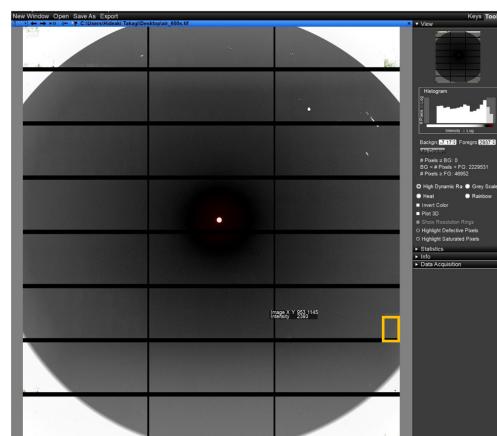


図 1 PILATUS3 2M の修理前後の写真。オレンジ色線で囲んだ部分が不調箇所。右側の下から 2 段目のモジュールを交換し、修理後には不調は解消されている。しかしながら、交換したすぐ上のモジュールの右端のサブモジュールに不調が発生。ただし、一番右端なので実験には大きな影響は与えない。

3. ビームタイム利用状況

BL-15A2 のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-6A、10C と一体で配分を行なっている。BL-15A2 に関しては 1 課題で最大 48 時間、通常は 24 時間のビームタイム配分となっている。BL-15A1 と排他的に運用されているため、15A2 側は 2024 年度は 6 月の 3 週間、11 月後半～12 月半ばの 3 週間、2～3 月の 3 週間程度のビームタイム配分となった。ビームタイム開始時のセットアップは、休日平日に関係無く基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などは、自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-15A2 は PF 小角散乱のフラグシップであり、特に Tender 領域の X 線を利用した GISAXS 測定に関しては国際的にも特色のある実験設備である。従って、学術、企業利用共に、今後も活発に利用されると考える。

引用文献

- [1] H. Takagi, N. Igarashi, Y. Nagatani, H. Ohta, T. Mori, T. Kosuge, and N. Shimizu, AIP Conf. Proc. **2054**, 060038 (2019).
- [2] H. Takagi, N. Igarashi, T. Mori, S. Sajio, Y. Nagatani, H. Ohta, K. Yamamoto, and N. Shimizu, J. Appl. Phys. **120**, 142119 (2016).

BL-18C：超高压粉末X線回折計

鍵 裕之¹、柴崎 裕樹²、渡邊 一樹³

¹東京大学 大学院理学系研究科, ²物質構造科学研究所 放射光実験施設,

³三菱電機システムサービス(株) 加速器技術センター

1. 概要

本ステーションは、小型の高圧発生装置であるダイヤモンドアンビルセル(DAC)を利用し、放射光の特長を生かして種々の条件を複合した超高压条件下での物質の構造をその場観察することを目的としている。主として単色X線とフラットパネル検出器を利用した室温高压条件での粉末X線回折の測定が行われており、高压下での格子定数・原子座標の精密測定、結晶構造やガラスなどの非晶質物質の構造解析、高压下での相転移の観察など固体物性、材料科学、地球惑星科学などの広い分野での研究が展開されている。また、クライオスタッフが装備されており、低温高压条件でのX線回折測定のほか、外熱式のDACを用いた高温高压条件での実験や大気圧・高湿度条件での結晶成長観察に関する実験も行われている。本ビームラインには低角測定用のチャンバーも整備されており、高压条件下での低角測定($> \sim 0.1\text{\AA}^{-1}$)も可能である。本ステーションは外部ユーザーによって維持されているユーザーグループ運営ステーションの一つとなっている。

2. 整備開発および運用状況

2020年度に先端研究設備整備費補助事業にてフラットパネル検出器を導入した。これにより、イメージングプレートでは困難であったX線回折の短時間測定、連続測定が可能になり、測定時間を大幅に短縮することができた。また、フラットパネル検出器の導入に合わせ、ステージ等をPCにて制御できるように整備し、リモート測定環境の整備も行った。2021年度からこれらシステムの本格的なユーザー利用が開始され、時分割測定やリモート測定が行われている。現在はフラットパネル検出器の利用が定着し、従来から使用されているイメージングプレートとフラットパネル検出器の切り替えがユーザーでも容易に行えるような改良も施された。また、新規ユーザーも参入している。

BL-18Cではユーザーの外部資金によって導入されたCCD検出器付きシングルポリクロメーター(分光器)をルビーフラッシュスペクトル測定による圧力計測のために供用している。多くのユーザーからラマンスペクトルの測定を行いたいという要望が寄せられているが、ラマンスペクトルの測定を行うためには現在使用中の励起レーザーの出力は不十分である。100 mWクラスの高出力レーザーを新たに調達するか外部ユーザーから移管するなどして、ラマンスペクトルを定常的に測定できるビームラインの環境整備を検討したい。

3. ビームタイム利用状況

本ビームラインでは定常的に20件程度の有効課題にビームタイムを配分している。主としてDACを用いた室温条件でのX線回折測定(一部高温条件も含む)が行われているが、高压下での低角測定の実験も行われている。2024年度には、新たに1グループが低角測定の実験を開始し、現在4グループが実験を行っている。また、クライオスタッフを用いた低温条件での測定も可能であり、現時点では3グループが利用している。これらの測定モードの切り替えと調整には半日以上の時間を要するため、マシンスタディの時間を活用するなど切り替えが最小限ですむように工夫してビームタイムを配分した。また、PF-AR NE1Aでの高エネルギー(30 keV)によるDACを用いた高压実験と同時にビームタイム申請しているユーザーもいるため、両者の重複がないようにビームタイムを調整して配分している。

BL-18Cのビームタイムは、これまでと同様に実験計画を精査してビームタイムが適正に要求されているかを確認した後、課題申請書の評点に応じて100%から70%の係数をかけて配分している。

4. 今後の展望

今後も引き続き、光学系並びに周辺環境の細かな改良を進めていく予定である。室温・低温条件のみならず、抵抗加熱による高温高压実験を行うユーザーもいる本ビームラインは、国内外の幅広いユーザーが利用できるポテンシャルをもつ。原則として、実験に必要な消耗品はユーザーが準備することになっているが、新規ユーザーの実験の立ち上げのために必要となるDACならびに消耗品の整備が定常的に必要である。また、レーザーなどの使用頻度と共通性の高い備品が老朽化によって寿命を迎える事例も発生しており、ユーザーグループとして外部資金を獲得するなどして更新を計画していく。将来的には、より多角的な極限条件での測定を視野に入れ、より広い実験ハッチをもつビームラインへの移行も含めて展開を考えたい。

AR-NE1A：レーザー加熱超高压実験ステーション

柴崎 裕樹¹、若林 大佑¹、森 文晴¹、渡邊 一樹²

¹物質構造科学研究所 放射光実験施設、²三菱電機システムサービス（株） 加速器技術センター

1. 概要

PF-AR の N 棟直線部に設置された橢円多極ウイグラーを光源としている。微細溝加工された Si(111) 結晶で単色化し、K-B 多層膜ミラーによって 100 μm 程度に集光された 50 keV、30 keV、14.4 keV の 3 種類の単色光を使用できる。多層膜ミラーを全反射ミラーとして使用することで、この 3 種類のエネルギーに比べると強度は低くなるが、10 keV 付近のエネルギーを使用することも可能である。また、高分解能分光器 (Si(422)・Si(1222)) も整備され、14.4 keV の光を準超単色化し、PF-AR のシングルバンチ運転を活用した核共鳴散乱実験も可能である。実験装置としては、高圧実験用ダイヤモンドアンビルセル (DAC) 実験ステージと高磁場下での低温高圧実験ができる超伝導マグネット付きのクライオスタットが整備されている。また、フレネルゾーンプレート (FZP) を用いた結像型 X 線顕微鏡 (ズーミング顕微鏡) も整備され、サブミクロン空間分解能でのイメージング (CT、ラミノグラフィ) も可能である。

2. 整備開発および運用状況

核共鳴散乱実験は、高分解能光学系やマルチ APD 検出器・計測タイミング系などを調整する必要があり、手順が複雑である。施設に核共鳴散乱実験の専門家がないことから、兵庫県立大の小林寿夫氏のグループを中心としたユーザーによってマニュアルが整備されている。

高圧実験時に使用していた XRD 検出器 (R-Axis IV) が電気基板部不具合により動作しなくなってしまった。メーカーによる修理も不可であったため、復旧を断念し、2022 年度第Ⅲ期運転からはフラットパネル検出器 (FPD) と手差しのイメージングプレート (IP) を併用する形での運用に切り替えた。現在は、FPD と IP の切り替えをより簡便に行えるように整備されており、測定の目的によってユーザー自身が検出器を切り替えられるようになっている。

2020 年度より、放射光実験施設基盤技術部門 X 線光学チームが中心になり、FZP を用いた倍率可変 (ズーミング) 結像型 X 線顕微鏡システムの開発を行っている。本システムは、10 keV 程度の硬 X 線による高空間分解能イメージング (空間分解能: 数十 nm) に加え、カメラ、試料位置固定で拡大倍率を連続的に変更できる機能を有するイメージング装置である。これらに必要な光学系、チャンバー、ステージ、カメラ等がビームラインには整備されている。2021 年度は、ズーミング顕微鏡システムにマイクロビーム集光光学系を組み合わせ、ズーミング顕微鏡による高空間分解能での試料観察とマイクロビームによる XRD 測定

が可能な複合システムの開発を行った。XRD 測定用に新たに FPD (Rad-icon 1520) も導入した。2022 年度より 3 次元撮像試験を開始し、CT およびラミノグラフィ測定が可能となっている。現在は、高圧容器 DAC 内試料のラミノグラフィ測定試験を行っている。

3. ビームタイム利用状況

DAC による超高压下 X 線回折実験の他に、超伝導マグネットを用いた高圧下核共鳴散乱実験、さらにズーミング X 線顕微鏡など、実験手法・装置の異なる課題が混在している。基本的にユーザーの希望時間を実験課題の評点に準じて傾斜配分しているが、それだけで最適な配分を実現するのは難しい。例えば、回折実験のデータ取得に必要な時間は数分で十分であるが、核共鳴散乱実験では数時間も掛かるなど、それぞれの実験での測定時間がシグナル強度や温度圧力などの試料環境などに大きく依存するという、このステーション特有の問題があるためである。これらを考慮した結果、2024 年度は、70% 程度の配分率 (配分 / 希望) となった。また、30 keV の高エネルギーを必要とする超高压下 X 線回折実験には 6.5 GeV 加速器運転時のみを配分し、14.4 keV や 10 keV を利用するメスバウアー実験、ズーミング X 線顕微鏡には、5.0 GeV 加速器運転時と 6.5 GeV 加速器運転時両方を配分している。

4. 今後の展望

これまで行ってきた超高压下 X 線回折実験、核共鳴散乱実験を継続するとともに、ズーミング X 線顕微鏡を用いた DAC 内試料の 3 次元測定システムの整備を引き続き進めしていく。

AR-NE5C：高温高圧実験ステーション /MAX80

柴崎 裕樹¹、渡邊 一樹²

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 三菱電機システムサービス（株） 加速器技術センター

1. 概要

PF-AR からの高エネルギー白色 X 線を用いた高温高圧下での測定を行うことを目的としている。MAX80 と呼ばれる 500 トンの油圧プレス（図 1）に組み込まれたキュービック型アンビルにより、1,500°C・15 GPa 程度までの温度圧力に保持された様々な試料について、Ge 半導体検出器（Ge-SSD）によるエネルギー分散型の X 線回折（XRD）実験が行われている。また、X 線吸収微細構造（XAES）分光測定のための二結晶分光器（Si(111)、Si(311)）も実験ハッチ内に整備されている。

2. 整備開発および運用状況

AR-NE5C では、Ge-SSD および周辺機器の老朽化が深刻な問題となっている。XAES グループより譲り受けた単素子 Ge-SSD を 2023 年度初めより使用しているが、こちらも 30 年以上利用しているものであり、ヘッドの真空悪化頻度を踏まえると、こちらもいつ動作不良に陥るか分からない。そこで、2023 年度と 2024 年度の PF 施設高度化予算にて Ge-SSD（CANBERRA 製 GL0110, Amplifier2022）と DSP（テクノエーピー製 APU101X-C）を新規購入した。



図 1 AR-NE5C 実験ハッチに設置されている 500 トンプレス（MAX80）。中心部に DIA 型高圧発生装置が組み込まれている。右手上游に放射光光源および二結晶分光器があり、白色 / 単色 X 線が実験ハッチに導かれる。白色 X 線を用いた XRD 測定のための Ge-SSD や単色 X 線を用いた XAFS 測定のための電離箱などが設置されている。

Ge-SSD の分解能等の性能は、これまでの ORTEC 製 Ge-SSD と同等である。動作確認をしたところ、これまでと同等の XRD データが取得できていることが確認できた。現状は、こちらを予備機とし、徐々に入れ替えていく予定である。

AR-NE5C で使用している MAX80 及び周辺機器の老朽化も深刻な問題である。2023 年度途中から、稀に上部ガイドブロックの上昇スピードが非常に遅くなるという症状が現れはじめ、2024 年度に入ってからはそれが頻発するようになった。原因を調査したところ、低圧ポンプのインバーターが必要な出力を出していないことが分かり、新品と交換し、復旧した。このインバーターは 2022 年度に新品に交換したものであったため、劣化には早すぎると思われるが、その原因是不明である。予備機も用意して、様子見をしている。

3. ビームタイム利用状況

ユーザーの希望時間と実験課題の評点に準じてビームタイムの配分を行っている。2024 年度は、全体として 90% 程度の配分率（配分 / 希望）であった。しかしながら、50 keV 以上の高エネルギーを必要とする課題が多いため、6.5 GeV 期間での配分率は 80% 程度、5 GeV 期間は 100% という偏った配分率となっている。

4. 今後の展望

AR-NE5C では、MAX80、Ge-SSD および周辺機器の老朽化が深刻な問題となっている。MAX80 については電気系統の老朽化が顕著であるため、こちらを随時更新していく、Ge-SSD については新規購入と周辺機器のデジタル化を行っていくことで、長期的な設備の安定化を図っていく。

AR-NE7A：X線イメージングおよび高温高圧実験ステーション

平野 鑿一¹、柴崎 裕樹¹、兵藤 一行¹、久保 友明²、渡邊 一樹³

¹ 物質構造科学研究所 放射光実験施設、² 九州大学 大学院理学研究院、

³ 三菱電機システムサービス（株） 加速器技術センター

1. 概要

本ステーションは、偏向電磁石から発生する放射光を利用できるステーションであり、必要に応じて白色X線、単色X線（20-60 keV程度）を実験ハッチに導入することができる。実験ハッチの上流側には、図1に示すようにメインハッチが設置されていて、二結晶分光器、ビームシャッター等が設置されている。放射光使用時にはこのビームシャッターを閉じるだけで実験ハッチに入室できる設計になっていて、二結晶分光器の光学素子（Si(111)結晶）に常時放射光が照射されることで光学素子が熱的に安定な状態で実験を遂行することができる。この光学素子表面は、画像データの目的とする空間分解能が確保される程度にSiCで研磨していて、得られる単色X線の積分反射強度を増大している。実験ハッチ内上流側には汎用定盤が設置されていて、吸収コントラストを用いたX線イメージング実験を中心に、位相コントラストを用いたX線イメージング実験、構造変化の時分割測定法の開発・応用実験、X線検出器の開発・評価実験などが実施されている。また、この汎用定盤は実験ハッチ外に搬出することも可能であり、ユーザー実験グループにより独自の実験定盤、実験装置を搬入、使用することも可能である。実験ハッチ内下流側には高温高圧実験装置（MAX-III）が常設されていて、高温高圧下でのX線回折実験、X線イメージング実験、岩石・鉱物の変形実験等が実施されている。

2. 整備開発および運用状況

2024年度は既存のビームライン機器及び測定装置の保守・整備を行った。

白色X線を用いる実験では、最下流端に設置した真空封

止用ベリリウム窓を保護するためにヘリウムガスを供給していて、ヘリウムガスを一時にベリリウム窓周辺に封止するためにベリリウム窓下流側に設置した穴空きフランジにカプトン膜をアルミニウムフォイル（白色X線部分のみ）と共に貼付している。一定の実験時間が経過するとカプトン膜の放射光による損傷が生じるので、ヘリウムガスが漏れないように、2週間程度の頻度でカプトン膜の追加貼付や張替えを実施している。この作業を簡素化するために2022年度に新たな取り付けフランジを導入したが、これまでのところ特に問題なく運用されている。

2023年度に二結晶分光器の冷却水循環装置の交換を行ったが、新たに導入した冷却水循環装置の水タンクの底に褐色の異物が見つかったため、放射線科学センターの環境計測グループに異物の分析を依頼したところ、主成分は樹脂製品等に使用される酸化防止剤という推定結果が得られた。この異物は微量ではあるが冷却水の流量をモニターしている流量計を詰まらせるおそれがあるため、水路の途中にフィルターを追加設置する措置を講じた。

近年のヘリウムガスの供給不足による価格高騰を受けて、前々年度より採用しているビームライン備え付けポンベからの供給方式を継続して運用している。

2016年度から高温高圧実験装置MAX-IIIはユーザーグループ運営装置となり、外部ユーザーによって装置が維持されている。ユーザーの外部資金によって、変形実験装置（D-DIA型、D111型）やX線イメージング装置などがMAX-III用に導入され、従来の装置では調べることが困難であった高温高圧下での地球深部物質のレオロジー研究が進められている。

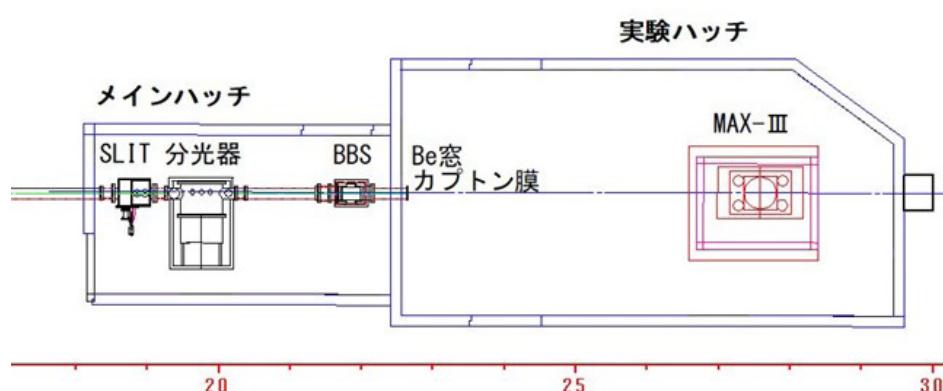


図1 AR-NE7A 平面図



図2 AR-NE7A のハッチ

3. ビームタイム利用状況

本実験ステーションでは、放射光共同利用実験審査委員会（PF-PAC）の第6分科で審査され採択された実験課題の研究が実施されている。すべての実験課題に関して PF-PAC 評点に基づいてビームタイムを配分している。PF-AR で 2019 年度から 5.0 GeV 加速器運転が導入されてから、高エネルギー X 線領域における X 線強度を考慮して 6.5 GeV 加速器運転時は高圧関係実験課題を、5.0 GeV 加速器運転時はイメージング実験等の実験課題を実施している。

4. 今後の展望

引き続き、基本的に 6.5 GeV 加速器運転時は高圧関係実験課題を、5.0 GeV 加速器運転時はイメージング実験等の実験課題を実施していく予定である。

AR-NW14A：ピコ秒時間分解 X 線回折・散乱・分光

野澤 俊介¹、深谷 亮¹、福本 恵紀¹、足立 伸一²

¹物質構造科学研究所、²高エネルギー加速器研究機構

1. 概要

・測定手法

ピコ秒時間分解X線測定（回折・散乱・分光）

・使用目的の概要

定常測定では困難なピコ秒～ミリ秒の時間スケールの過渡的な構造・電子状態変化を測定するために使用

2. 整備開発および運用状況

AR-NW14A では光物理性物理・光化学・生体物質における光反応といった様々な分野の光誘起ダイナミクス現象について、回折・散乱・分光といった従来の放射光測定法を時間分解測定に幅広く適用させることで利用研究が行われている。世界的にもユニークな時間分解X線実験専用ビームラインの性質を踏まえ、様々な分野のユーザーに対し、常に新規性のある動的情報が測定できるような実験環境を提供することを、基本的な運用方針としている。また、XFEL で展開されているフェムト秒ダイナミクス研究との相補利用を考慮し、PF-AR の高エネルギー性、白色性、高繰り返し性を有効に活用して、蓄積リング型放射光源としての特徴を生かした動的情報を引き出す整備も進めている。

2024 年度の整備開発として、EIGER2X の Double Gate Mode を用いた時間分解共鳴 X 線非弾性散乱 (TR-RIXS) の高度化を実施した。新しく高度化されたシステムでは、各ピクセル素子が持つ 2 系統のカウンタを用いて pump-

probe 測定を実施することで、実験的な低周波数ノイズが除去された kHz スケールの光変調イメージを取得することが可能となった。また、エネルギースキャンを用いた共鳴測定時には、X 線発光分光器と反対側に設置された高速シンチレーションプローブにより、時間分解 XAFS スペクトルの同時取得も可能となっている。

3. ビームタイム利用状況

2024 年度における手法別のビームタイム利用率は、およそ回折：散乱：分光 = 0.3 : 0.3 : 0.4 であった。2024 年度におけるビームタイム配分率は 70 % であり、ビームタイム配分があった課題の最低 PF-PAC 点数は 3.4 であった。ビームタイム配分は PF-PAC 配点を基準に決定されている。

4. 今後の展望

シングルバンチ flux で比較すると PF-AR は PETRA-III, SOLEIL, ESRF と同等であり、世界最高クラスの性能を持つため、PF-AR における時間分解 X 線測定は、現在でも非常に高い国際的な競争力を持つ。今後の整備予定としては、まず BL のアクティビティを上げる方向性として、引き続き測定システムの高効率化を中心に整備を進めて行く。加えて、XFEL との相補利用を意識し、AR-NW14A と XFEL を相補的に用いた研究が広く展開されていくよう、今後も整備を進めていく予定である。

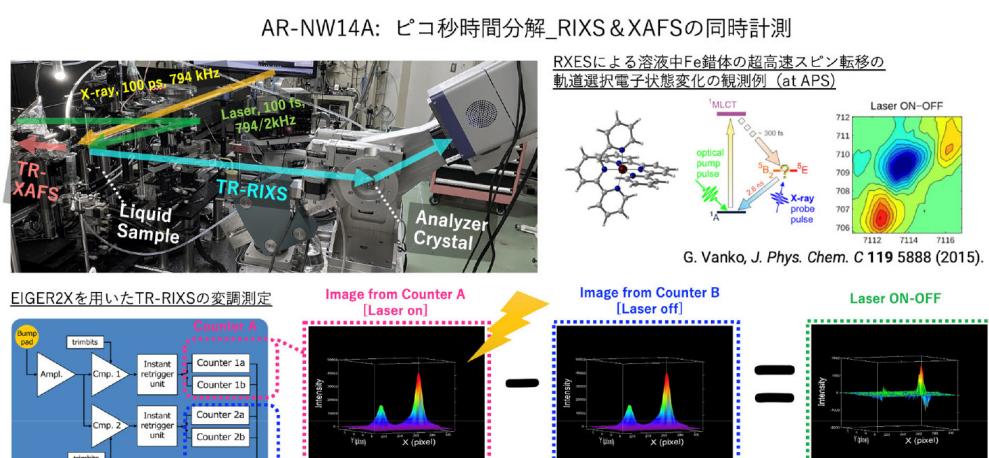


図 1 EIGER2X の Double Gate Mode を用いた時間分解 RIXS 測定法の開発

BL-3C : X 線光学素子評価／白色磁気回折ステーション

平野 騒一、杉山 弘
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-3C は偏向電磁石を光源とする単色・白色X線実験ステーションであり、ハッチ内に水平多軸精密X線回折計と四軸X線回折計を常設している。水平多軸精密X線回折計の利用研究としては、シリコン格子定数の精密評価 [1] やパワーデバイス用半導体結晶のX線トポグラフィーによる観察・評価 [2] 等が行われている。また、四軸X線回折計を用いた研究としては、X線磁気回折による多層膜の磁性研究 [3] 等が行われている。この他にも、ユーザー持ち込み装置によるX線顕微鏡実験 [4] も行われている。

2. 整備開発および運用状況

2024 年度は制御・測定プログラムの改良を行った他、既存のビームライン機器及び測定装置の保守・整備を行った。また、ビームラインのホームページの移設を行った [5]。

3. ビームタイム利用状況

2024 年度の有効課題は、G 型課題 8 件だった。有効課題の内訳は格子定数の精密測定の課題が 1 件、X線トポグラフィーの課題が 3 件、X線磁気回折の課題が 1 件、X線顕微鏡の課題が 1 件、X線光学の課題が 2 件だった。ほぼユーザーの希望通りにビームタイムの配分が行われた。

4. 今後の展望

X線トポグラフィーの実験では、原子核乾板が撮像のために長年利用されてきたが、最近入手するのが困難になりつつあるため、早急に代替案を検討する必要がある。最有力候補は高分解能のX線 sCMOS カメラだが、導入するにはユーザーと協力して外部資金の獲得を目指す必要がある。

測定システムに関しては、今後も引き続き更新を行い、ユーザーフレンドリーな実験環境の構築を進める。

引用文献

- [1] 物構研ハイライト「国際単位系（SI）kg 再定義の舞台裏」（2018 年 11 月 9 日）
<https://www2.kek.jp/imss/news/2018/highlight/1107SI-1kg/>
- [2] KEK プレスリリース「GaN の結晶欠陥を大面積且つ非破壊で検出・分類する方法を開発～青色 LED から電力制御素子まで、GaN 結晶の高品質化を加速～」（2018 年 7 月 9 日）
https://www.kek.jp/ja/newsroom/attic/20180709pressrelease_imss.pdf
- [3] M. Ito *et al.*, J. Phys. : Conf. Ser. **502**, 012018 (2014).
- [4] N. Watanabe *et al.*, J. Phys. : Conf. Ser. **463**, 012011 (2013).
- [5] <https://research.kek.jp/people/hirano/bl3c.html>

BL-14B：精密X線光学実験ステーション

平野 騒一、杉山 弘
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

BL-14B は垂直ウィグラーを光源とする単色X線実験ステーションであり、精密なX線光学系を水平面内に比較的容易に構築できるという特徴を持っている（図1）。この特徴を活かして、BL-14B では先端的X線光学研究だけでなく、X線イメージング等の応用研究も行われている。

2. 整備開発および運用状況

X線吸収・位相イメージングやX線トポグラフィー等を中心として運用を行っている。2024年度も引き続き、前者では各種工業材料や生体試料の観察、後者ではGaNやGa₂O₃等の次世代パワーデバイス用結晶[1]や高品質タンパク質結晶[2]の評価等が行われている。

整備開発としては、X線吸収・位相・散乱CTの開発に取り組んでいる。従来のX線吸収・位相・散乱CTには、検出器の視野よりも大きな試料の観察や平板状の試料の観察が困難という問題があるが、この問題を解決するべくラミノグラフィー[3]の導入と改良を行っている。これまで大型の回折計を試料ステージとして用いてきたため設置に大きな労力を要したが、今年度はこの問題を解決するために小型の試料ステージを設計・製作して、そのテスト実験を行った。さらに、この小型試料ステージで得られたデータから各種2D・3D像を再構成するための解析プログラムの開発にも取り組んでいる。その他、X線CCDカメラ制御用のPCの更新、故障した測定装置の修理、ビームラインのホームページの移設[4]等を行った。

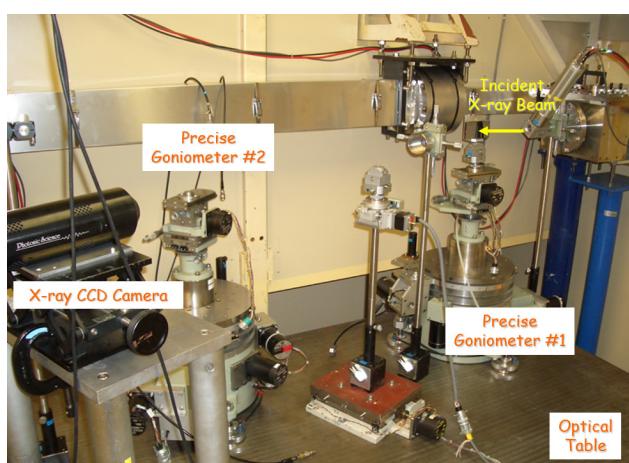


図1 BL-14B のハッチ内の写真。垂直回転軸の精密X線回折計や各種X線カメラなどを備えており、自由に精密X線光学系を構築することができる。

3. ビームタイム利用状況

2024年度の有効課題は、G型課題15件、PF課題2件だった。全体的にビームタイムは不足しがちであるが、ビームタイム希望者には少なくとも最低希望日数が確保されるようにしつつ、放射光共同利用実験審査委員会(PF-PAC)の評点に従って傾斜配分を行っている。

4. 今後の展望

現在、BL-14Bでユーザー実験に供している実験手法は、X線吸収型イメージング、回折強調X線イメージング、複画像ラジオグラフィー、斜入射X線トポグラフィー、二結晶平面波トポグラフィー等である。これに加えて、X線回折格子干渉計を用いたマルチコントラストイメージングもユーザー実験に供するべく、ステージ等のハードウェアや画像解析ソフトウェアの整備を進めている。

BL-14Bでは数台のX線CCDカメラを使用しているが、そろそろ更新を考えるべき時期になりつつある。更新にあたっては、ユーザーと協力して外部資金の獲得を目指す。測定システムに関しては、今後も引き続き更新を行い、ユーザーフレンドリーな実験環境の構築を進める。

引用文献

- [1] KEK プレスリリース「GaN の結晶欠陥を大面积且つ非破壊で検出・分類する方法を開発～青色 LED から電力制御素子まで、GaN 結晶の高品質化を加速～」(2018年7月9日) https://www.kek.jp/ja/newsroom/attic/20180709pressrelease_imss.pdf
- [2] M. Abe, R. Suzuki, K. Hirano, H. Koizumi, K. Kojima and M. Tachibana, PNAS **119**, 2120846119 (2022).
- [3] K. Hirano, Y. Takahashi, K. Hyodo and M. Kimura, J. Synchrotron Rad. **23**, 1484 (2016).
- [4] <https://research.kek.jp/people/hirano/bl14b.html>

BL-14C : X線イメージングおよび汎用X線実験ステーション

杉山 弘、平野 錦一、兵藤 一行
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

本ステーションは、垂直ウィグラー光源から発生する縦偏光放射光を利用でき、必要に応じて白色X線または単色X線を実験ハッチに導入することができる。実験ハッチの上流側には、図1、図2に示すように14C メインハッチが設置されていて、縦偏光放射光に対応した二結晶分光器、DSS (Down Stream Shutter) が設置されている。単色X線利用時にはこのDSSを閉じるだけで実験ハッチに入室できる設計になっており、二結晶分光器の光学素子(Si 220回折)に常時放射光が照射されることで光学素子が熱的に安定な状態で実験を遂行することができる。単色X線は、8 keV程度から80 keV程度まで利用可能であり、17-50 keVの単色X線が多用されている。実験ハッチ内上流側には汎用定盤が設置されており、吸収コントラスト、位相コントラストを用いたX線イメージング実験、X線検出器やX線量計の開発・評価実験などが実施されている。実験遂行に必要な精密ゴニオメータ、X線スリット、試料位置調整装置、パルスマータードライバー、制御系等の基本的実験機器は常備されているが、独自の実験機器を搬入して使用することも可能である。実験ハッチには、大型実験装置を出し入れするための搬入口が用意されている。実験ハッチ内上流側には汎用の実験スペース(図3)、実験ハッチ内下流側には大型の分離型X線干渉計(図4)が常設されており、位相コントラストを用いたX線イメージング実験が実施されている。本ステーションは、縦偏光、縦長の放射光を利用できることから、光学素子、実験機器の水平面内での展開が可能であり、X線イメージング実験、特に大型の分離型X線干渉計を用いた実験遂行に最適なステーションとなっている。実験ハッチは、実験に影響を与える環境温度変化を小さくするために内側全面に断熱材を貼っている。



図2 BL-14C 外観

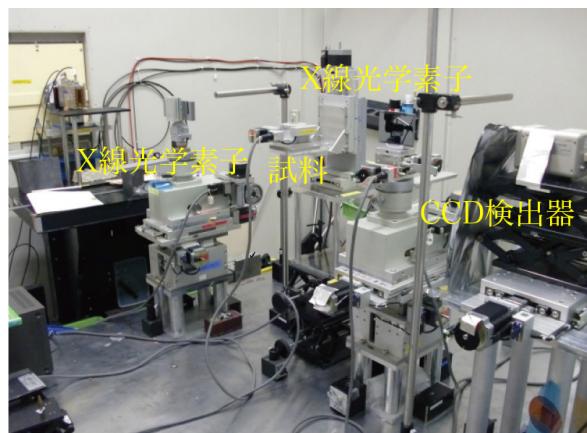


図3 X線イメージング用実験装置配置の一例。実験ハッチ上流側の様子。位相コントラストイメージングシステムの配置。写真の左側から単色X線が導入され、写真右側のCCD検出器でX線イメージを取得している。

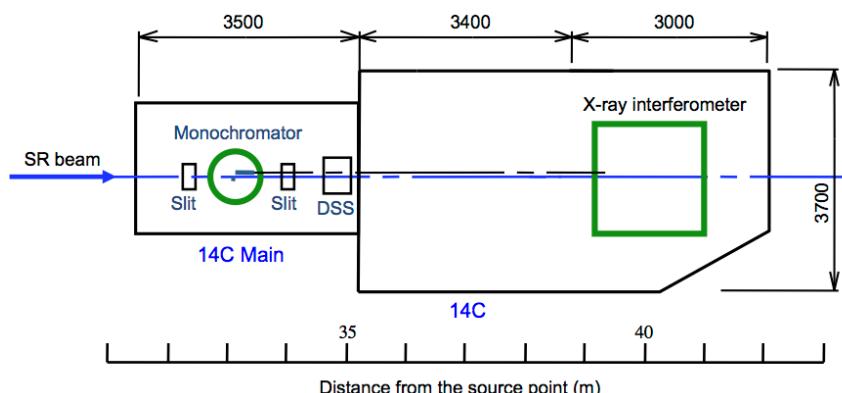


図1 BL-14C 平面図



図4 大型X線干渉計

2. 整備開発および運用状況

2024年度から分離型X線干渉計のさらなる性能向上を目指して、実験ハッチ内に設置する前置光学系の試験を開始した。冷却性能や高次回折、散乱X線などの問題が明らかになり対策を検討中である。また分離型X線干渉計の制御PCなどの更新を検討中である。

現在、二結晶分光器が熱的に安定するまでに2-3日間を要している。調査の結果、放射光照射後に分光器機器（真空チャンバ、分光器架台）全体の温度が徐々に上昇していくことが明らかになった。そのため分光機器全体が熱ドリフトし、出射X線が角度的、エネルギー的にドリフトしている可能性がある。その主たる原因是分光結晶からの散乱X線が分光器真空チャンバで吸収され温度上昇することにあると考え対策を検討中である。2025年度に対策テストを実施する予定である。

単色X線利用と白色X線利用の実験ステーション切り替

えは、従来通り、ビームタイムの有効利用を考慮しながらユーザー実験遂行に最適なタイミングで実施できるように、毎回、ユーザーと詳細な日時調整をして実施している。

3. ビームタイム利用状況

本ステーションでは、常設の大型X線干渉計を用いたイメージング実験、位相コントラストを用いたイメージング実験（小型X線干渉計、DEI：Diffraction Enhanced Imaging、DFI：Dark Field Imaging）、吸収コントラストを用いたイメージング実験、X線検出器の開発・評価実験を遂行する実験グループの利用があり、ビームタイム配分は実験課題の放射光共同利用実験審査委員会（PF-PAC）で付与された評点に則って行われている。また、本ステーションは白色X線を利用できる数少ない実験ステーションの一つであり、時間分解能が必要なX線イメージング実験、通常のX線発生装置を用いたイメージング実験への応用を目的とした実験や大線量の放射線照射が必要な実験などにも利用されている。

4. 今後の展望

今後も、世界的に貴重な縦偏光、縦長の白色放射光、高エネルギー単色X線の特性を利用した共同利用研究を推進する予定である。大きなX線照射面を得ることができる分離型X線干渉計は、生体試料撮影の場合、軟部組織中の微小な差異を描出する能力が他のX線イメージング法と比較して特に優れており、生体試料に関する積極的な利用推進を予定している。また同様にX線干渉計イメージングの特長を利用したガスハイドレートや燃料電池などのエネルギー分野などの産業応用、微小な温度変化を撮像するサーモグラフィとしての応用実験、食品科学への展開などを、引き続き実施する予定である。

BL-20B：白色・単色X線トポグラフィ / X線回折実験ステーション

杉山 弘、平野 馨一
物質構造科学研究所 放射光実験施設

1. 概要

本ビームラインは白色・単色X線によるX線回折トポグラフィおよび関連するX線回折実験専用ステーションである。旧オーストラリアビームラインを改造し、2013年秋から旧BL-15B、15CなどX線トポグラフィ関連課題を統合して専用ビームラインとして運用を開始した。入替形式により白色X線トポグラフィ用垂直軸大型回折計および精密X線トポグラフィ用水平軸回折計が使用可能である。他のビームラインと共に各種解像度のX線CCDカメラも標準使用可能である。

2. 整備開発および運用状況

X線トポグラフィ実験ステーションとして安定してX線トポグラフィおよび関連実験が遂行されている。

モノクロメータ用Si単結晶上には主に白色放射光の影響によりカーボンが堆積する。堆積したカーボンはX線トポグラフィなどのイメージング実験の際には入射ビーム不均一性による画像のノイズとなり、6 keV程度以下の低エネルギーX線領域では反射強度の減衰としての影響も大きい。

そのため、2020年度から運転期間終了毎にモノクロメータ用Si単結晶の第一、第二結晶ともエキシマランプ洗

浄またはプラズマ洗浄により堆積カーボンを除去して、実験への影響を最低限に止めている。

3. ビームタイム利用状況

回折装置の入替は30分程度の作業ではあるが、立上・調整には最低でも1シフト程度必要になるため、可能な限り同一装置を使用する課題を連續して実行するようしている。また、実験の性質上、1課題あたりの必要とする時間が4-6日間と長い場合が多く、本ステーションにおいて現実的に実行できる課題数は最大10課題程度であると考えている。

2024年度に実行された課題では、SiC、ダイヤモンド、卵白リゾチーム、有機伝導体単結晶、Si単結晶X線光学素子を試料としてX線トポグラフィおよびロッキングカープ法などで研究・評価が実施されている。

4. 今後の展望

現時点では規模の大きな改造や保守の予定はなく、ビームラインの安定運用に努めている。モノクロメータ用Si単結晶のカーボン除去洗浄については、今後も運転期間終了毎に実施していく。