



SPring-8シンポジウム2024

# SPring-8/SACLAの現状

2024年 9月 5日

(公財) 高輝度光科学研究センター (JASRI)

常務理事 坂田修身

@九州大学、9/5, 2024

## ・この1年の振り返り

含 SPring-8, SACLAの運転統計、  
ポートフォリオ(復習)

## ・BL再編、加速器、光学系の 進捗や現状

## ・研究成果例

### <近況>

- ・SPring-8-II(理研RSC 矢橋氏)
- ・利用制度(JASRI 木村氏)

詳細はポスターを

- ・ 共用ビームライン  
(BL): P-38~P-50
- ・ 光学系: P-78
- ・ 加速器: P-77
- ・ 専用BL: P-57~P-64
- ・ 理研BL: P-65~P-76
- ・ 利用制度: P-79
- ・ 普及啓発: P-80

## 評価委員会

- 登録機関利用研究活動評価委員会 2023年9月
  - 指摘、提言を踏まえて、以下の項目に取り組み中
    - (1) 12条利用の位置付けの明確化、(2) 高性能化・調整枠の柔軟な運用、(3) 成果発信の推進
  - 登録機関利用研究活動評価報告書 2023/10/5 理事長に提出



報告書

## 量子ビーム利用推進小委員会@文科省での議論・検討

- SPring-8の高度化について 2023年7月～2024年3月
  - SPring-8-IIが目指すべき姿や成果の最大化に向けた取り組みについて議論・検討
  - 「大型放射光施設SPring-8-IIの整備及び我が国放射光施設の今後の在り方に関する報告書 2024/3/19」

概要版

報告書



## 矢橋さん:SPring-8-IIについて報告

- SPring-8/SACLA中間評価 2024年6月～12月(予定)
  - 5年毎を目途に実施。前回指摘事項に対するフォローアップなどの議論中

## 利用制度の改正:この1年の振り返り(2/3)

### 利用制度 2024B期(下期)の改正

- 専用BLおよび理研BLの共用供出対象拡大
  - BL16XU(分析科学I), BL24XU(兵庫県ID), BL32B2(施設開発BM)
- 年6回募集対象BLの変更
  - 01B1, 02B1, 02B2, 09XU, 13XU, 14B2, 16XU, 19B2, 24XU, 46XU, 47XU
- SACLA成果専有課題の応募要件拡充
  - 日本国内に法人格を有する学術研究機関に所属する方も利用可能

### 利用制度 2025A期(上期)の改正

- 利用料の位置づけの再定義および料金体系の改正
- 成果準公開利用(プロモーション利用試行版)
- 消耗品費実費負担制度の改正

木村さん: 利用制度について紹介

## 他、海外動向:この1年の振り返り(3/3)

### <そのほか>

- NanoTerasu・SPring-8合同シンポジウム 2023年11月20日
- SPring-8の利用ニーズに関するアンケート調査 2023.12～2024.1  
1,655名から回答。期待の大きい利用ニーズの結果は、2024年3月の量子ビーム利用推進小委員会で報告
- SPring-8大学院生課題優秀研究賞(2024.4)  
大学院生提案型課題(長期型)の事後評価結果を受け。

### <海外施設の動向>

▪ Advanced Photon Source **APS-U (Upgrade)** (@シカゴ) 2024.6.17～  
“Shine on: Upgraded Advanced Photon Source sees first X-ray light for science”

press release



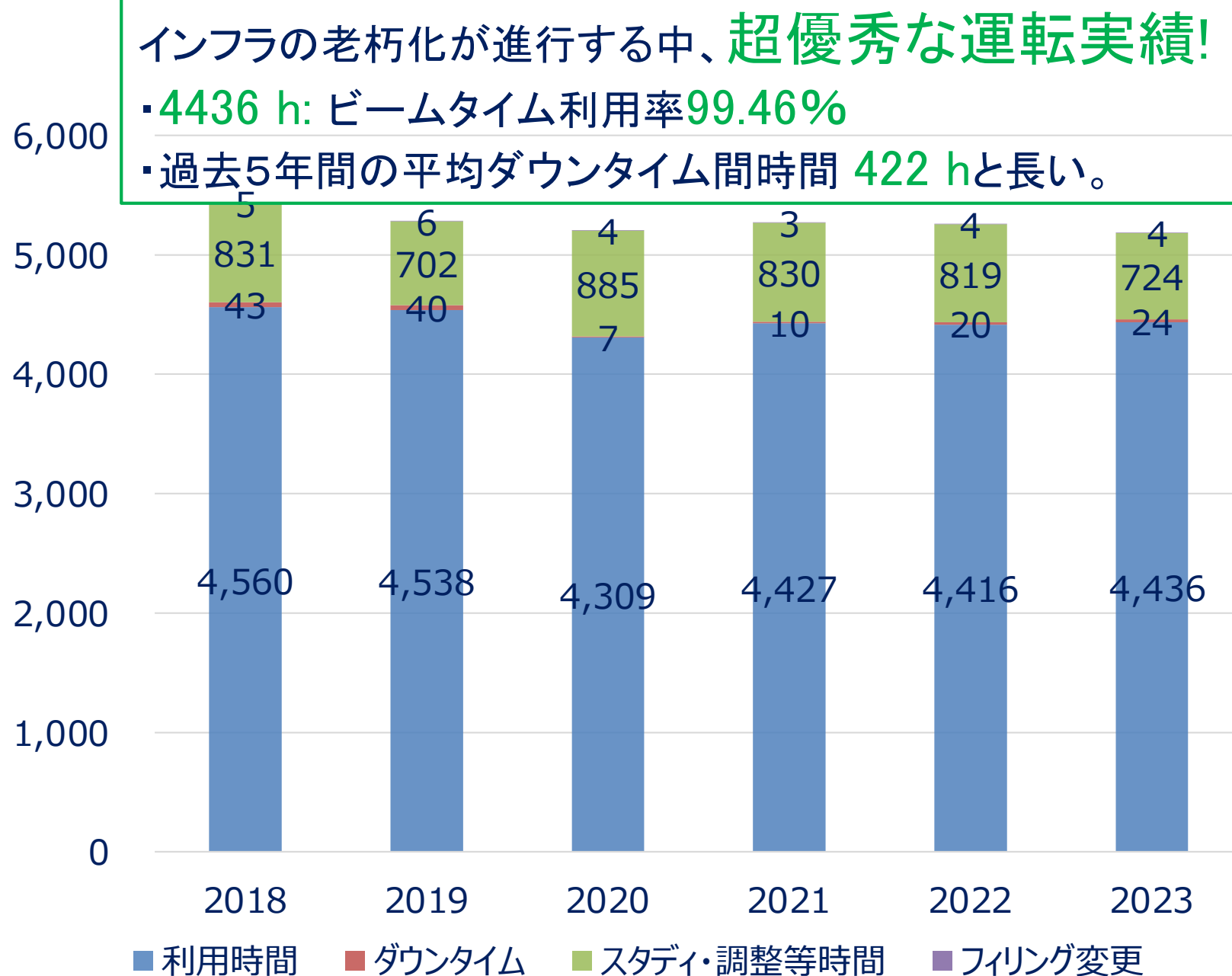
▪ High Energy Photon Source **HEPS** 第4世代放射光施設 (@北京)  
周長 1360.4 m  
“China achieves new progress in building High Energy Photon Source”  
The commissioning of the storage ring was launched on July 23.

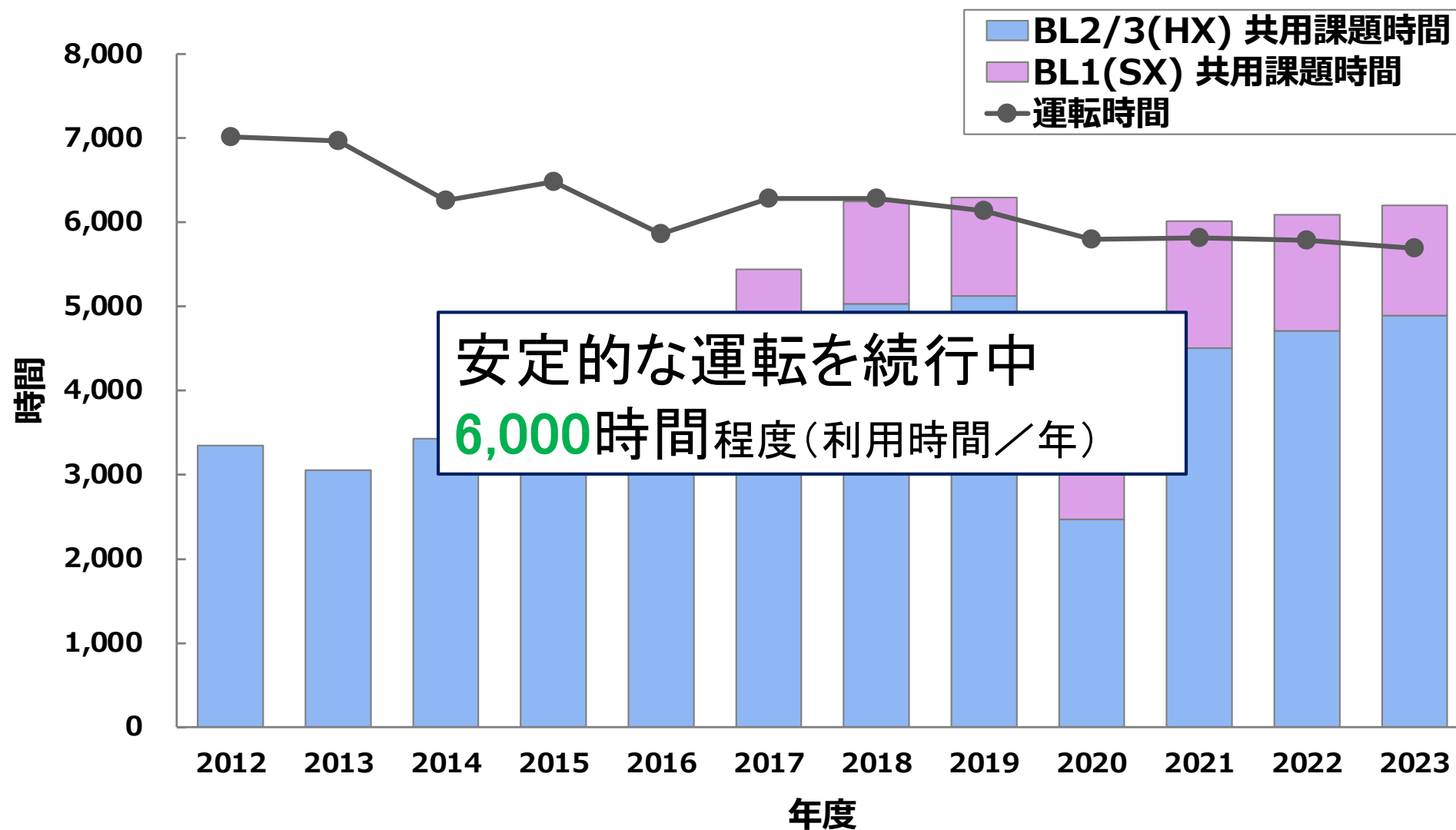
news  
on Aug.19,  
2024



# SPring-8 の運転統計

(時間)





（2022 昨年のシンポジウムの矢橋氏の報告から）

		評価軸	割合
(A) Measurement (Production)	<ul style="list-style-type: none"><li>・ <b>ハイスループット</b></li><li>・ ルーチン計測</li><li>・ DX/オートメーション</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 成果の広がり</li><li>・ 潜在ユーザーへの訴求</li></ul>	~ <b>60</b> %
(B) Experiment (Specific)	<ul style="list-style-type: none"><li>・ <b>テイラーメイド実験</b></li><li>・ 戦略的な活用</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>・ Visibility/戦略性</li><li>・ 国際的な評価</li></ul>	~ <b>30</b> %
(C) Development	<ul style="list-style-type: none"><li>・ <b>新技術</b> (X線光学系、検出器、手法)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 世界一かどうか</li><li>・ (A) (B) への波及</li></ul>	~ <b>10</b> %

## <ユーザー利用装置の再編のポイント>

- ・ **硬X線領域の重点化**
- ・ **オペランド構造解析のニーズへの対応**

共用のProduction 装置についての補足:

ユーザーニーズに応えるために

- ・ 重複装置の集約や**配置最適化** (SPring-8-IIを意識して)



# BLやユーザー利用装置の再編の進捗

改修前利用

改修停止

機器調整

改修後利用

ASRI

		(23B)										(24A)										(24B)										(25A)										(25B)																					
		#	#	#	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0	#	#	#	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0	#	#	#	1	2	3																														
発光 SAXS 単結 SX光	発光分光ES整備	39XU																				共用																																									
	SAXS専用化	40XU																				大規模改修										共用																															
	単結晶XRD	40XU→05XU																				05XUへ移設										共用																															
	高エネルギーR&D	05XU																				機器移設										一部15XUへ																															
	高エネルギー・回折散乱	15XU																				ハッチ更新										DMV一部共用										DCM共用																					
高エネルギーR&D		05XU		理研 DMV40keV										DMV100keV LINZDMV100keV Microbeam										機器移設										一部15XUへ																													
高エネルギー・回折散乱		15XU		NIMS										理研										大規模改修										ID・ハッチ更新										DMV一部共用										DCM共用									
共用RI		改修前利用										改修停止										機器調整										改修後利用																															

## 共用BL:

・SAXS専用化@BL40XU大規模改修 →

高度化された単結晶XRD:BL40XU→理研BL05XU。(後述)

## 理研BL:

・高E 回折散乱@BL15XU

・高E R&D@BL05XU 一部15XUへ

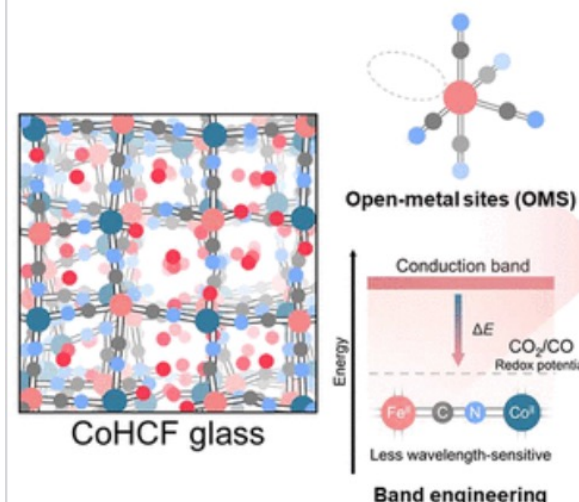
多層膜ミラー使用:100 keV-ピンクビームの利用

2024年7月末～実験ハッチ建設中  
2024年10月～コミッショニング予定  
2025年10月～ 共用開始予定

## <ハイスループットPDF測定装置> @BL04B2 (2023 B--) > P-40

- ・最大100倍の高速化成功
- ・容易な温度制御  
(高温/低温窒素吹き付け)
- ・サンプルチェンジャー  
(最大50サンプル搭載可能)

## CO<sub>2</sub>を還元する光触媒MOFガラスの歪み 構造の可視化に成功



*JACS*: Prussian Blue  
Analogue Glasses for  
Photoinduced  
CO<sub>2</sub> Conversion



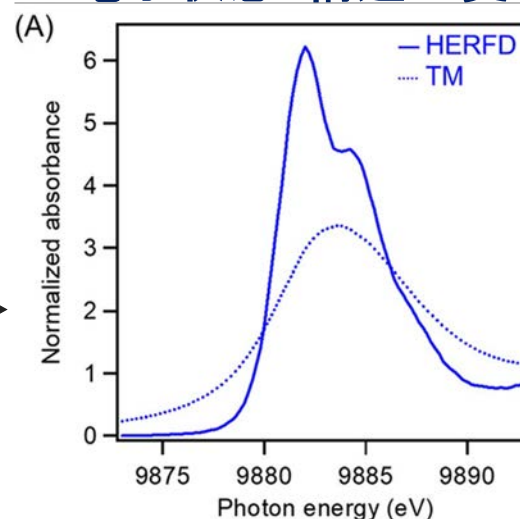
## <X線発光分光@ BL39XU> 新EH2(2024.7-)。> P-38

XES・HERFD-XAFS・XRS  
Low (high) temperature  
Operando/in-situ meas.

## <HERFD-XAFS 触媒および環境試料の例>

- ・高エネルギー分解能な測定
- ・反応現象の微小変化の観測
- ・微量元素などの電子状態の研究

## CO<sub>2</sub>を活性化するタンタル酸化物クラスターの 電子状態・構造の変化を追跡



*JPCA*: CO<sub>2</sub> Activation  
on Lindqvist-Type  
Polyoxotantalate:  
Structural Analysis by In  
Situ HERFD-XANES



プローブ深さ拡大化: 20 → 100 nm超

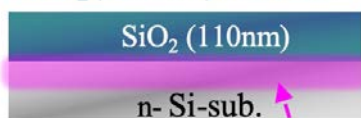
従来のHAXPES 深さ~20 nm @ ~10 keV

試料ステージへのバイアス電圧印加による光電子の減速により、光電子運動エネルギーの分析上限を拡大(~30 keV)

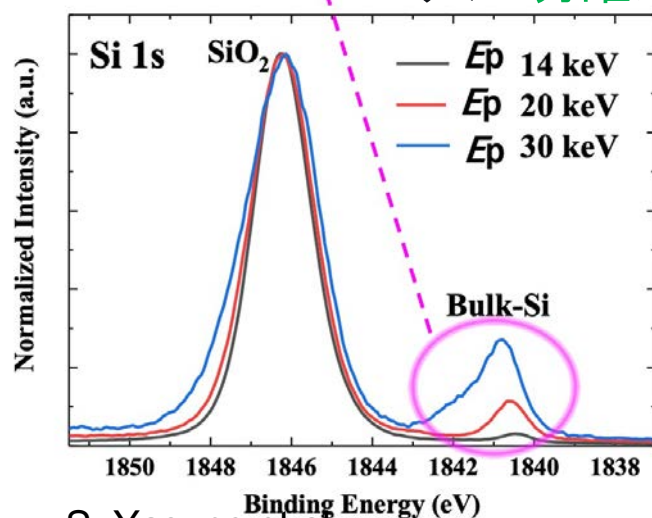


100 nm以上の深さ分析の実現

SiO<sub>2</sub>(110nm)/Si-sub.



Ep 30 keVでは、酸化膜110 nmに埋もれたバルクSiからのシグナル明確に検出。



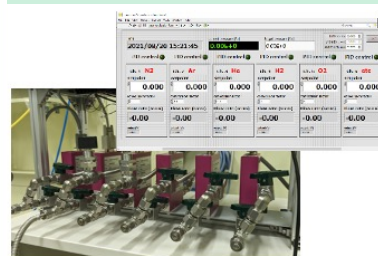
S. Yasuno et al.

RS: Development of hard x-ray photoelectron spectroscopy using synchrotron radiation x-ray up to 30 keV



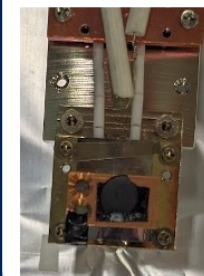
大気圧下のHAXPES@EH2

ガス圧制御システム



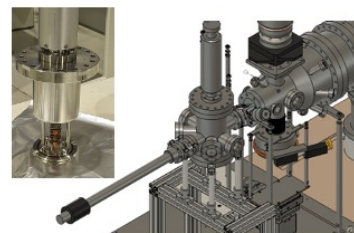
マスフローによる流量制御

試料加熱機構



ヒーターによる試料加熱 (600°Cまで)

大気非暴露測定



ベッセルによるグローブボックスからの大気非暴露搬送

光反応測定



光照射による光反応オペランド測定

MEA電極測定セル



燃料電池電極反応のオペランド計測

dip&pull測定



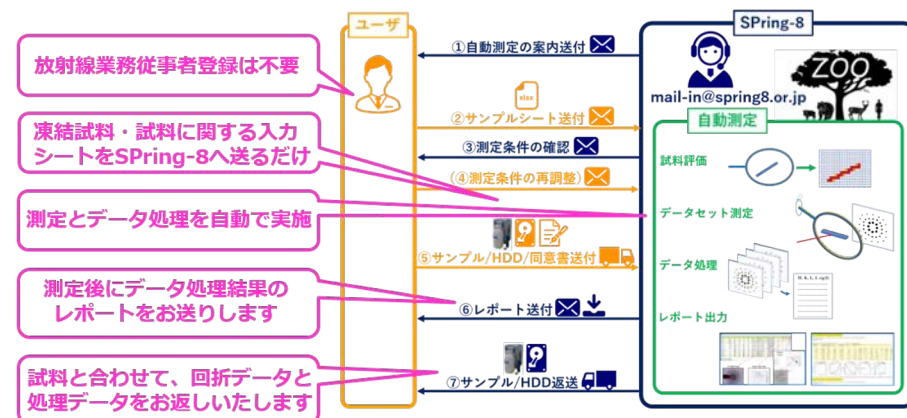
引き上げ法による電気化学反応オペランド計測



## 構造解析法の開発、試料調製環境の充実を含むビームライン計測基盤の整備

1. メールインデータ収集サービスを含む自動測定の実運用と高度化
2. SACLAと連携した動的構造解析環境の整備～室温時分割測定系
3. 放射光利用者のための付帯設備の整備運用～CryoTEM・創薬支援

### 1. 自動測定の安定運用 @ BL45XU



パック交換システム  
による夜間自動運転



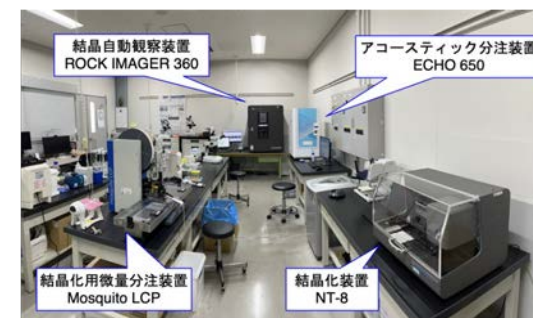
### 3. 付帯設備の整備運用

CryoTEM単粒子解析

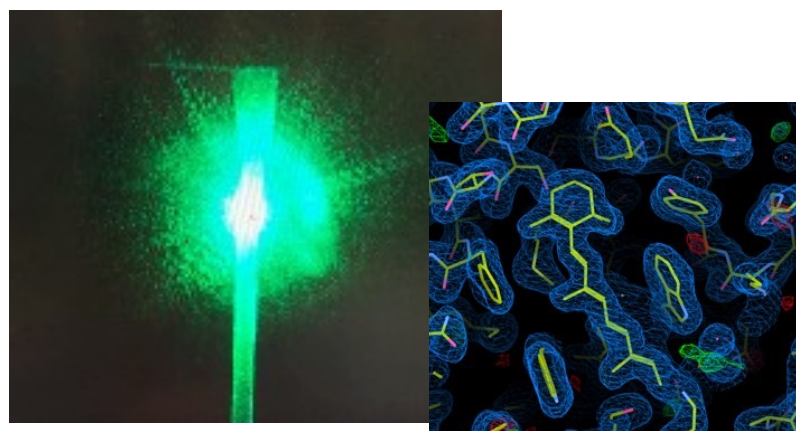


SARS-CoV-2スパイク蛋白質  
と中和抗体(Ishimaru+, 2024)

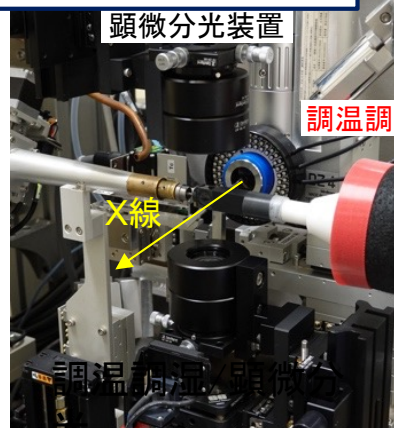
試料調製・化合物探索環境



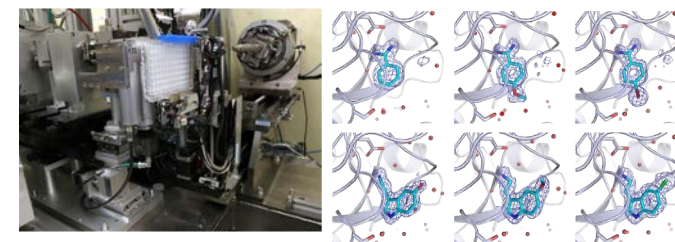
### 2. 室温時分割測定系の試験運用開始 @ BL41XU



シリアル回折系と時分割解析 (in prep)



顕微分光による化学状態評価+室温回折測定



In situ測定とフラグメントスクリーニング

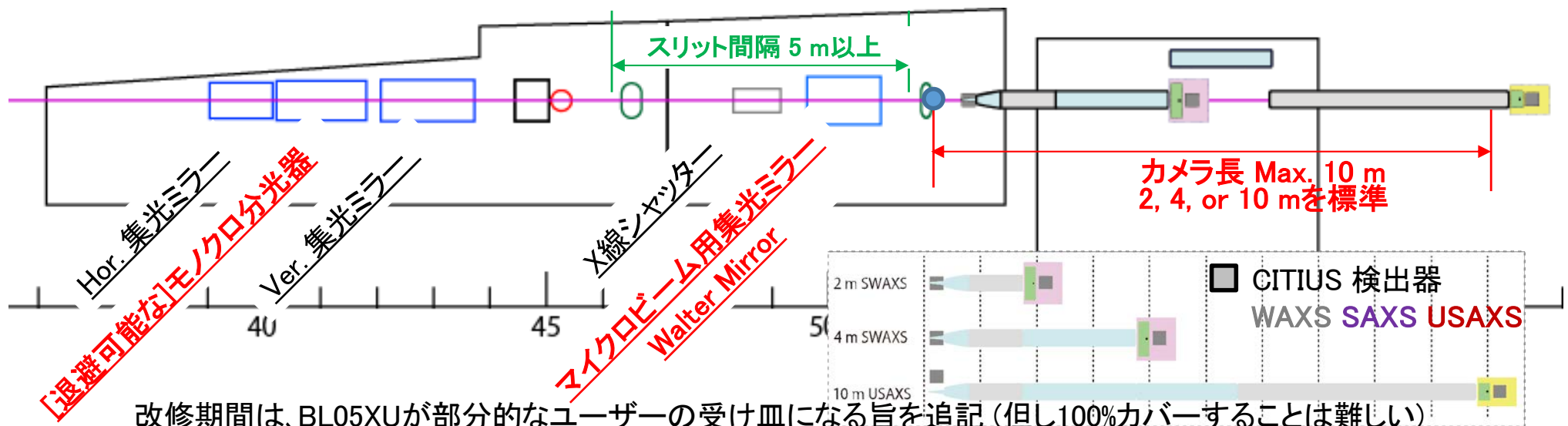
2024年12月より工事開始、2025B(下)期からの利用再開の予定。

(改修期間中はBL05XU等でユーザーを部分的に受入れ)

改修後は、SAXS専用のID BLとして運用。

## 特長

- SPring-8-II 対応の標準IDへ入れ替え
- 準単色/単色の切り替え利用 (8–15 keV +  $\alpha$ )
- サンプル位置は第一ハッチ下流に固定
- カメラ長 10 mを確保 (2m, 4m, 10 mの切替可能)
- マイクロビーム集光
- CITIUS検出器 (WAXS/SAXS/USAXS)を段階的に導入



## ＜微小単結晶X線構造解析装置の新設＞

2024年11月末シャットダウン@BL40XU EH2

2024年7月から新装置の立ち上げ@BL05XU

2025B(下)期後半より試験的に共用開始

### ＜狙い＞

μmオーダーの微小単結晶構造解析、精密構造解析、ハイスループット測定

従来の1/10の時間(数分)で微小単結晶のデータセットを取得可能

X線入射エネルギー 13 ~ 37 keV

30 Mcps/pixel (専用のCITIUS検出器開発後)

以下の技術で達成

高エネルギーX線、エアベアリング型ω回転ステージ、微小試料マウント用マニピレータ、CITIUS検出器(R&D中)、自動試料交換システム(検討中)

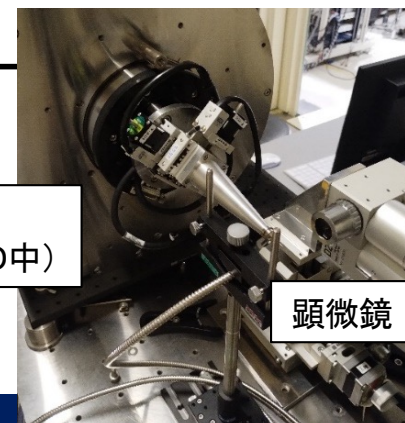
エアベアリング型ω回転ステージ

EIGERX 1M検出器の縦振り回折計、マニピレータ



R&D後にCITIUS 2.2M × 2 へ交換

エアベアリング型  
回転ステージ(R&D中)

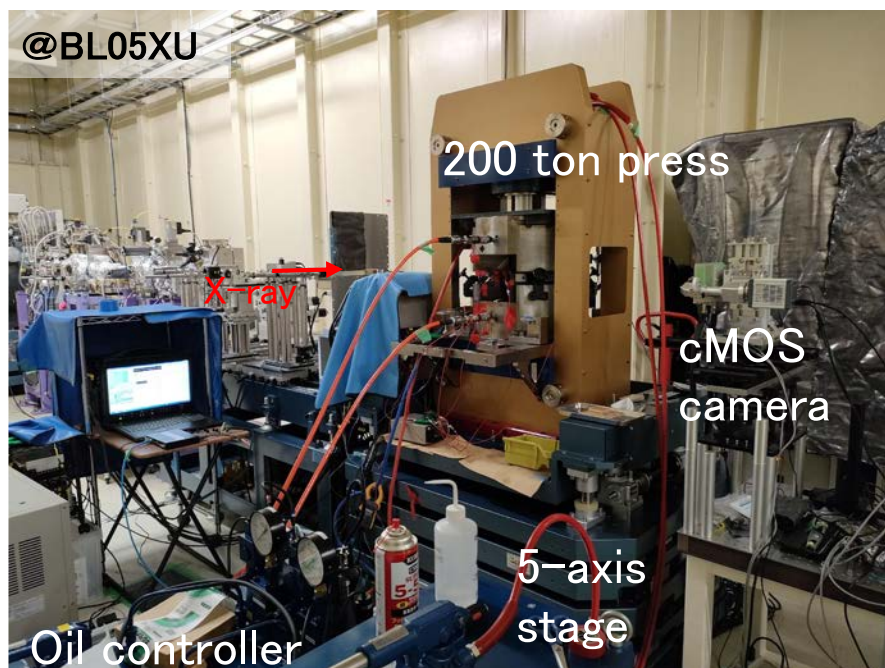


顕微鏡



## 小型大容量高圧装置 (可搬式)

200トンプレス＋5軸ステージ



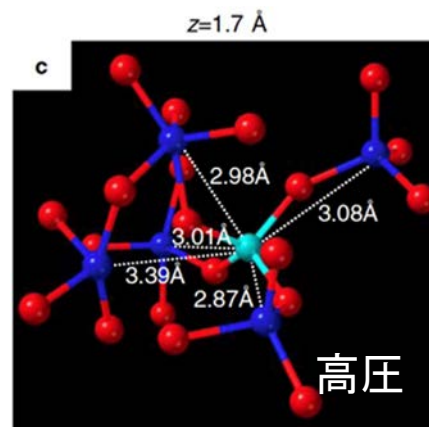
利用研究例:

- ・地震過程の応力・歪変化
  - ・隕石衝突時の相転移過程
- など、**高速高圧現象の解明**

## PDF解析用全散乱測定装置

パリーエンジンバラ型プレス＋2連半導体検出器

SiO<sub>2</sub>ガラスの高圧下における異常特性の構造的起源の解明



*Nat. Commun.:*

Experimental evidence of tetrahedral symmetry breaking in SiO<sub>2</sub> glass under pressure



100 keVピンクビームの利用

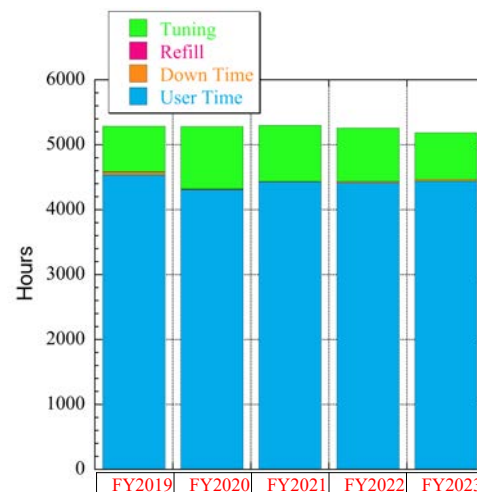
- ⇒高圧下で比較的遠いSi-O距離の大きな変化を検出
- ⇒高圧下での弾性率・粘性率低下の原因か？

利用研究例:

- ・液体の圧力誘起構造相転移
  - ・鉄融体の構造相転移
- など、**X線全散乱の迅速測定**

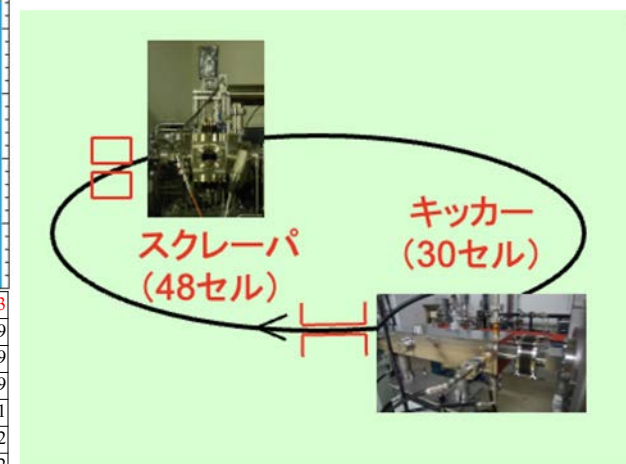
## 光源加速器の現状

- 超優秀な運転状況 報告  
'23年度: 信頼度 99.4%  
MTBF > 400 h
- 高度化  
高バンチ純度のための  
バンチクリーナー etc.



	FY2019	FY2020	FY2021	FY2022	FY2023
Acc. Operation Time	5285.7	5284.6	5300.2	5259.3	5187.9
SR Operation Time	5271.2	5274.8	5300.2	5259.3	5187.9
Tuning&Study (Acc.&BL)	701.7	964.6	860.2	819.3	723.9
Refill	5.6	3.6	3.1	4.3	4.1
Down Time	40.5	7.4	10.0	19.7	24.2
Mean Time between Failures	206.3	718.2	553.4	232.4	403.2
Achieved User Time	4537.9	4309.0	4426.9	4416.0	4435.7
Planning User Time	4584.0	4464.0	4440.0	4440.0	4464.0
Availability (%)	99.0	99.7	99.7	99.5	99.4

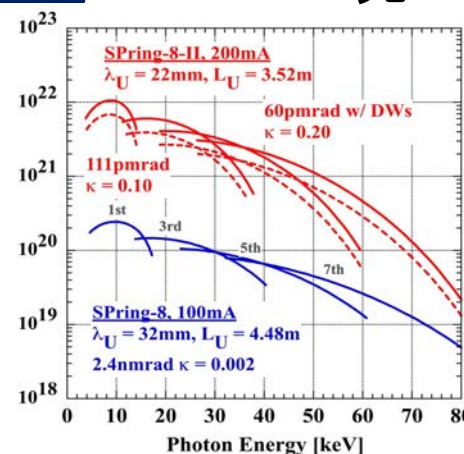
## バンチクリーナー



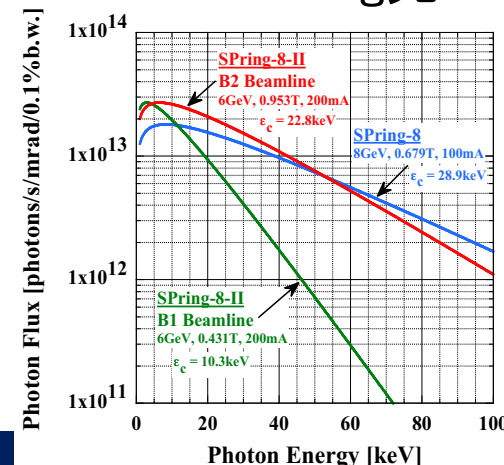
## SPring-8-IIに向けた光源開発進捗

- SPring-8-II 加速器最新設計  
 > コンセプト、最新設計、光源性能
- SPring-8-II用 挿入光源  
 > IVU-II、Helical-8

## Undulator光



## Bending光





## BL 改修

- ・BL39XU 改修・調整 (23/07～24/06): X線移相子と同軸高次光カットミラーおよびフィルタが装備@OH
- ・BL15XU 改修・調整 (23/08～24年): 100 keV付近の高エネルギー領域
- ・BL40XU 改修計画 (24/12～25A調整): 準単色と単色 (8～15keV) ならびに集光・非集光ビームを容易に切替可能な光学系

## 新たな光学系開発

- ・BL05XU 100 keV超高強度光学系開発: 高エネルギー領域の光学系のR&D (130, 200, 300及び543 keV)
- ・BL07LSU 超高分解能SX光学系開発: 分光器をCollimated plane grating monochromator (c-PGM) 型。エネルギー分解能 39,000

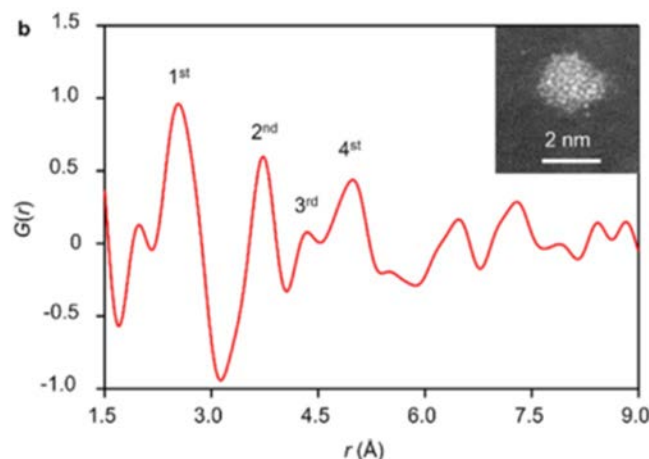
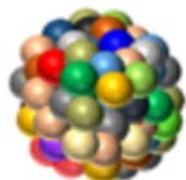
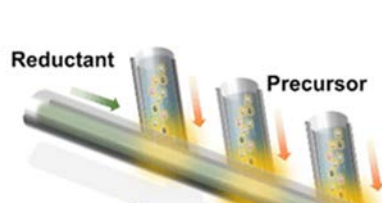
## 施設更新

- ①45XU近傍, ②07LSU近傍, ③14B1近傍, ④27SU近傍,  
⑤36XU近傍の5箇所

- ・液体窒素供給設備の整備: 24秋～ 200Lセルファへの自動液取りや15XUにおいて液体窒素循環装置のオフライン試験運転を開始予定

## 高分解能粉末X線回折装置の利用 @BL13XU 多元素ナノ合金

JACS: Continuous-Flow Chemical Synthesis for Sub-2 nm Ultra-Multielement Alloy Nanoparticles Consisting of Group IV to XV Elements



開発された卓上型4ウェイフローリアクターを用い合成された1.9nmの15元素から成るナノ合金の原子配列構造を解明

多元素合金効果による多重相互作用が多段階アルコール酸化反応を効率的に促進することの知見。

## HAXPES装置@BL09XU

ACS Nano: Approach to Low Contact Resistance Formation on Buried Interface in Oxide Thin-Film Transistors: Utilization of Palladium-Mediated Hydrogen Pathway

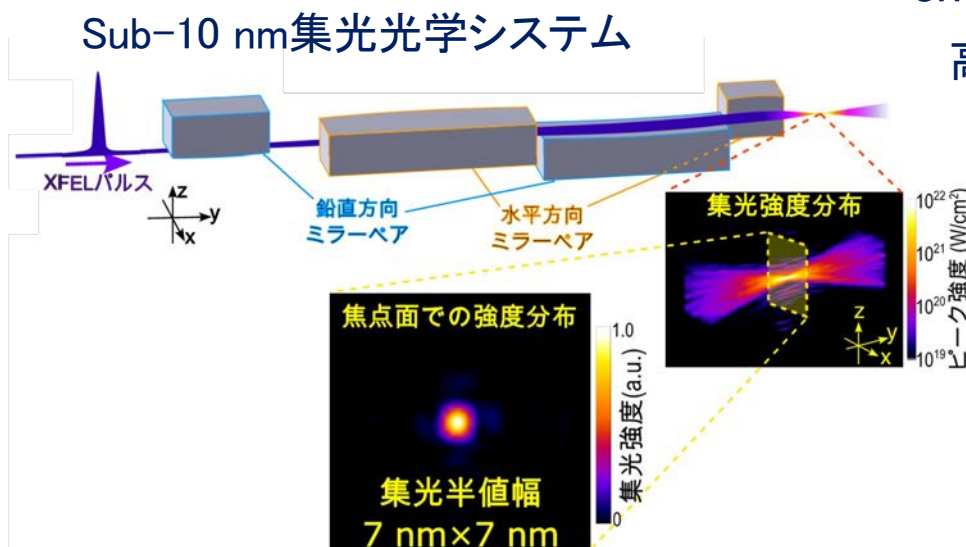


アモルファスインジウム-ガリウム-亜鉛酸化物 (a-IGZO) とPdの界面の電子状態をHAXPESで解明: Pd中の高活性水素がa-IGZO表面の金属化と金属間化合物形成を誘起し、高電子密度の界面層の存在を解明

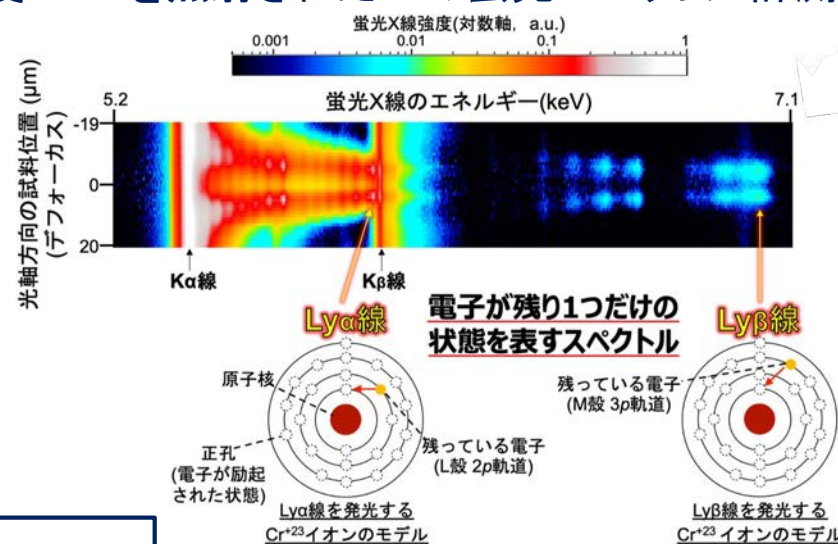
a-IGZO薄膜の接触抵抗はH<sub>2</sub>雰囲気中での低温ポストアニール2桁低下。  
→膜トランジスタの移動度大幅向上  
→水素と触媒反応を利用して低接触抵抗IGZO-TFTを実現

## Sub-10 nm集光による高強度XFELの生成とその利用

*Nat. Photonics.*: Extreme focusing of hard X-ray free-electron laser pulses enables 7 nm focus width and  $10^{22}$  W cm $^{-2}$  intensity



## 高強度XFELを照射されたCrの蛍光スペクトル計測



高い安定性のもと7 nm集光を実現

ピーク強度  $10^{22}$  W/cm $^2$ の高強度XFELの科学研究への利用が可能に

量子光学、原子物理学、高エネルギー密度科学などの物理分野や、単分子構造解析技術の開発などへの応用が期待



- ・この1年の振り返り  
含 統計データ
- ・BL再編、加速器、光学系の現状、進捗や次期  
改修の紹介

詳しくは、ポスター発表を

利用者の皆さまからの

フィードバック、ご提案、ご議論を  
お願い。