

## ■ 会議報告

# Emerging Opportunities in High Energy X-ray Science: The Diffraction Limited Storage Ring Frontier 報告

今井康彦 (高輝度光科学研究センター)

上杉健太郎 (高輝度光科学研究センター)

### 【はじめに】

本ワークショップは、国際会議 SRI 2015 (2015年7月6-10日, ニューヨーク市) のサテライトワークショップの1つとして2015年7月13-14日に Argonne National Laboratory (ANL) において行われた。参加者はアメリカ国内からが主で、累計50名前後であった。講演によっては、APSのスタッフがちょくちょくのぞきにきており、オープンな形をとっていた。なお、本ワークショップのプログラムおよび発表のスライドは web で公開されている (<http://aps.anl.gov/News/Conferences/2015/ANL-SRI-2015/>)。

初日の前半は Joint Plenary session, 後半は3つ (Structural Materials, Chemistry & Industrial Applications, Environmental & Earth Science), 2日目の午前中は2つ (Materials Synthesis & Condensed Matter, Soft Materials & Bioscience) のパラレルセッション, 最後に Joint Closeout session が行われた。各パラレルセッションの最後には、飛び込みでの発表の時間も作られていた。また、このワークショップに先立って約1ヶ月にわたり集中的に行われた次期光源の初期利用に関するワークショップの感想も報告された。発表を分野別に分けると、化学・新材料, バイオ・ソフトマテリアル, 地球科学, エネルギー, 物質科学, 光学, と比較的広い分野にわたっていた。日本からの参加者は筆者ら2名であったため、パラレルセッションの一部はカバーできていない。以下に主な発表と議論の概要を報告する。

### 【本文】

Joint Plenary session は、ANL X-ray Science Division の Division Leader である Linda Young 氏からの Advanced Photon Source (APS) のアップグレードプラン (APS-U) についての紹介で始まった。APS-U は完成予定を2022年としている。主なパラメータは、エネルギー 6 GeV, 周長 1104 m, エミッタンス 60 pmrad で、輝度 (photons/s/mm<sup>2</sup>/mrad<sup>2</sup>/0.1%B.W.) が 2~3 桁 (20 keV で 10<sup>19</sup>後半から 10<sup>22</sup>前半へ) 向上することとであった。特筆すべきは、挿入光源ビームラインでは、少なくとも 5~120 keV のエネルギー範囲で現状より輝度・フラックス共に向上することである。挿入光源には、超伝導磁石を使ったアンジュレータを用いる。また、特定のエネルギー領

域に最適化させたアンジュレータを利用することで、輝度・フラックスを更に数倍向上させることができる。APS-U 計画では低エミッタンス化のため、電子エネルギーを 7 GeV から 6 GeV に下げ、セルあたりの偏向電磁石の数を 2 から 7 へと増やす。エミッタンスの最小値は電子エネルギーの 2 乗に比例し、偏向電磁石数の 3 乗に反比例するため、単純に言えば上記の変更でエミッタンスは約 1/58 になる。同じ電子エネルギーで低エミッタンスと挿入光源のための直線部を多数確保するには、km オーダーの周長をもつ大型蓄積リングが有利である。

Henning Poulsen 氏 (Technical University of Denmark) からは、mm から 10 nm のマルチスケール材料科学についての講演があった。彼らが取り組んでいる回折を利用した硬 X 線暗視野顕微鏡は現時点で 100 nm の空間分解能が得られており、理論的には 10 nm まで到達可能である。実用材料の評価のためには、mm から nm にわたる幅広いスケールでの 3 次元観察が必要となる。当然複数の手法が必要で、寸法の大きい方から X 線 CT (3DXRD も含む), X 線顕微鏡 (Bright field・Dark field), コヒーレント回折イメージング (CDI) が対応する。また  $\mu$ s や ns の速い変化を追うための stroboscopic imaging の必要性も示しており、アップグレードによるコヒーレントフラックスの向上は不可欠となる。講演の中では ESRF のアップグレード計画の紹介もあり、およそ全エネルギー範囲で Coherent fraction が 30 倍になるとのこと。

Wendy Mao 氏 (SLAC) は、高圧科学に関する講演をおこなった。内容や構成はもちろんであるが、エネルギーで滑舌が良く、最も面白い講演の1つであった。ダイヤモンドアンビルセルを用いて大気圧から 600 GPa を超えるまでの圧力と、mK から 6,000 K までの温度環境が同時に実現されている。ただし、サンプルサイズは 0.001 mm<sup>3</sup> 以下と非常に小さく制限される。そのため、X 線には高輝度性が求められる。APS では 2007 年に High Pressure Synergetic Consortium を立ち上げ、ハイリスク・ハイリターンの研究をミッションとして、20本近いビームラインで様々な測定手法を用いた実験が行われている。Nano-XRD, Time-resolved XRD and XAS, NEXAFS, EXAFS, RIX IXS, Nano-tomography などである。輝度が 100 倍になる X 線によって解明したい興味深いテーマとして、地球のコアと同条件までの鉄の圧力-温度相図、500

10 GPa 以上と予想されている金属水素の構造解析、近年発見された  $T_c = 203 \text{ K} > 150 \text{ GPa}$  の高温超伝導体  $\text{HnS}$  の相図、 $\text{Li}$  や  $\text{Na}$  の高圧における金属-絶縁体転移、などが紹介された。

Uta Rütt 氏 (PETRA III) からは、50 keV 以上の高エネルギー X 線を使った表面回折についての講演があった。屈折レンズによって集光した高エネルギー X 線と  $400 \times 400 \text{ mm}^2$  の大面積 2 次元検出器 (おそらく Perkin Elmer 製 XRD 1621 xN ES) を用いるのが特徴である。X 線を試料の断面から入射し、Laue 反射を測定する形での深さ分解 XRD 測定や、X 線を全反射臨界角近傍で入射し、試料を面内回転させることでの高速 CTR 散乱測定を実現している。例として、100 keV、 $30 \times 3 \mu\text{m}^2$  の X 線を用いた、水素製造のための中温水蒸気電解用電極材の劣化の様子を深さ分解 XRD 測定、85 keV、 $30 \times 2 \mu\text{m}^2$  の X 線を用いた、触媒 Pd 表面における CO の酸化過程の高速 CTR 散乱測定、などが紹介された。1 つの CTR に注目すると、2 秒での測定が既に可能であり、表面ナノ構造の in situ, in operando 測定を進めているようである。

Hyunjung Kim 氏 (Sogang University, Korea) はコヒーレント X 線を用いた散乱実験に関する講演を行った。始めに、コヒーレント光とそうでない場合のシリカナノ粒子の小角散乱像を比べ、両者では得られる情報が異なることを示した。さらに物質のダイナミクスを計測するための手法として、X-ray Photon Correlation Spectroscopy (XPCS) を紹介。ポリマーや分子サイズの非平衡系 (ms から  $\mu\text{s}$  の非常にゆっくりと変化する系) のダイナミクスを研究するための有力な手法であるとした。ポリマーのダイナミクスと一言で言っても、その材料はコロイド・ゲル・磁性流体・液晶などと多岐にわたる。これらの系における、拡散・相転移・緩和過程などが測定対象となり、材料科学において重要な手法であることも強調されていた。回折限界光源の利用が可能になれば、現在よりも短い時間構造 (5–100 ns) をより高い空間分解能 (1–10 nm) で追えることとなり適用範囲は広がる。また、5 ns 以下の時間変化を追うために XFEL 光源とも協調して研究を進めていくようである。XPCS では重要な問題があることも指摘した。それは計測データが試料の本質を表している物か、X 線のダメージによるものか区別がつきにくい点である。このことに関しては、今後もデータを検証し慎重に見ていくしかないようである。

#### 【まとめ】

本ワークショップの趣旨は、multi-bent achromat, MBA, lattice によって初めて利用が可能となる 20 keV 以上の高輝度高エネルギー X 線を用いた科学を開拓することとなっていた。ただし、20 keV 以上のエネルギー領域では、エミッタンスはタイトルにある“回折限界”に達していないことに注意が必要である。発表全体を通して、既

存の手法の延長、即ち速く測れるようになるので in-situ, operando 測定が可能となる、という主張が多く、コヒーレンス度が上がることを強く意識した発表は Kim 氏のみであった。APS-U における測定のキーワードを講演からリストアップすると以下ようになる。

- Easy access to nano probe (mirror, MLL, FZP)
- 100–1000 times higher flux density
- Multi-scale multi-modal imaging
- Mesoscopic material research using nano probe
- High speed 3D (2D+E) detector

高エネルギー X 線を使うメリットには、高い透過能を活かして厚い実用材料の評価が可能になること、回折実験において広い逆空間へのアクセスが可能になること、などがある。講演者の中には、General Electric, IBM の研究者もあり、また、講演者の多くは企業との共同研究結果を発表しており、実用材料の評価という意味で産業界との連携は引き続き強くなっていくと見受けられた。検出器と大型計算機を使った大容量のデータ処理は、特にその重要性が強調されていた。次期検出器には、エネルギー分解能をもった高速 2 次元検出器 (3 次元検出器) の開発を考えているものの、具体的な開発プランなどは示されなかった。データ処理については、研究所内にあるスーパーコンピュータを、現状ではバッチジョブを走らせる形で使っているが、将来はオンデマンドで使えるようにしたいと語られていた。

筆者の主観ではあるが、XPCS 実験はこのワークショップで提示された実験手法の中でも回折限界光源により飛躍的に進歩しそうな実験手法である。APS や ESRF ではもちろん、台湾でも XPCS ビームラインを建設中とのことである。

今回の SRI は 2018 年 5 月末に台湾でひらかれる。その時には、アップグレード計画も固まっているだろう。次期光源の利用に関するサテライトワークショップが日本で開催されると面白そうである。

#### 【関連話題】

日本とアメリカの国民性の違いなのか、ネガティブな発言がほとんど無かったのが印象的であった。実験における技術的な課題についても楽観的で、誰かが何とかする・何とかなる、という雰囲気であった。唯一話題になったアップグレードがもたらすデメリットとしては、放射光のバンチ構造を使う核共鳴についてであった。しかし少し話題に上っただけで、強度や効率については議論されず、チョッパーを使うことになる、という結論で終わってしまった。フィリングパターンやバンチあたりの電流値などの議論もなかった。軟 X 線に関する話題はワークショップのテーマとも異なるためかほとんど聞かれなかったが、APS のスタッフとの会話の中では、NSLS-II に移る SXBL の 1 本はすでに閉鎖されており、現状の 2 本 (sector 4 and 29)



写真1 APS 玄関前での集合写真

から増える予定もないとのことであった。

昼食時に同じテーブルになったAPSの次期Division Leaderの方にアップグレードに対するユーザーの声について聞いてみると、ユーザーコミュニティも決して一枚岩にはなっていない、とのことであった。特に、1年以上光を使えない期間が生じることに對して、危機感を述べるグループもあるようだ。

#### 【その他の話題】

ANLへは最寄り駅のWestmontからタクシーを使ったが、セキュリティゲートを抜けるのに20分近くかかった。ゲートが混んでいたわけではなく、守衛が職務に忠実だったことが原因である。当然、入場申請はしていた。しかし、ゲートパス発行の条件が、パスポートにある入国ス

タンプ(I-94)の日付がthe most recentであったらしく、約1週間前日付のスタンプでは通せない、というのである(直前のSRI2015に参加しているのに、スタンプの日付は直前ではない)。最終的には担当者を確認をとってもらい、通ることが出来たが、セキュリティの厳しさを感じた。また、タクシーの運転手も免許証の提示を求められていた。経験の無い運転手だとここでもトラブルになる。実際、筆者らの1人はこれに巻き込まれた。

会議中に一度、竜巻警報が発令された。アラームに続き、シェルターへの避難の準備をせよ、とのアナウンスがあった。実際に避難するまでには至らなかったが、珍しくないようで、会場の皆は落ち着いていたのが印象的だった。朝は良く晴れていたのだが、天候が急変するのを目の当たりにした。