第4回FC-Cubicオープンシンポジウム (2021年4月20日 オンライン開催) 【研究講演】"進化する日本の解析技術"

## X線自由電子レーザーSACLAの特徴と活用事例

登野 健介 高輝度光科学研究センター XFEL利用研究推進室



- 1. 放射光とX線自由電子レーザー(XFEL)の違い
- 2. XFELの特徴を活かした分析①: 超高速現象の観測
- 3. XFELの特徴を活かした分析②:無損傷解析
- 4. まとめ

SPring-8 (放射光) とSACLA (XFEL) の違い

SPring-8とSACLAは特徴が異なり、それぞれに適した利用法がある。





### 超高速現象の観測



T. Togashi, Y. Kubota et al., Appl. Sci. **10**, 7934 (2020)

5

## 急速加熱中の鉄鋼材料の転位挙動を観測

Yonemura et al., Scientific Reports 9, 11241 (2019).



SACLA産業利用推進プログラム http://xfel.riken.jp/topics/sacla\_sangyo\_2021.html

## 急速加熱中の鉄鋼材料の転位挙動を観測



出典「SPring-8 持続可能な未来へ」(理化学研究所放射光科学研究センター)7

## XFELの特徴を活かした分析②

## 無損傷解析 "See *before* destruction"



R. Neutze, Nature 406, 752 (2000).

対象が壊れる前(放射線損傷を受ける前)の姿を、短いパルス幅(短時間露光)で取得する。

## 無損傷解析の例:蛋白質結晶構造解析

一酸化窒素(NO)還元酵素P450norの構造解析



1.68

Fe-N距離 1.67

T. Tosha, et al., Nat. Commun. 8, 1585 (2017)

2.10



#### コヒーレント回折イメージング(CDI)





T. Kimura, Y. Joti, A. Shibuya, C. Song, S. Kim, K. Tono, M. Yabashi, M. Tamakoshi, T. Moriya, T. Oshima, T. Ishikawa, Y. Bessho & Y. Nishino, Nat. Commun. **5**, 3052 (2014).



J. Pérez & Y. Nishino, Curr. Opin. Struct. Biol. 22, 670-678 (2012).

(資料提供:北海道大学・西野吉則教授) 10



#### XFELと放射光に共通する特徴

- ➢ 硬X線の高い物質透過能
  - 試料の内部構造の観察
  - ・様々な環境下での測定

<mark>溶液試料、オペランド計測など</mark>

#### ▶ナノメール分解能

- 硬X線用の高倍率の対物レンズは作製が困難
  - → 対物レンズの代わりに計算機を用いてナノイメージングを実現

#### ≻高コントラスト

•X線に対して透明な試料も高いコントラストでイメージングできる

#### XFEL CDIの特徴

- ▶ 放射線損傷のないイメージング
  - 試料が放射線損傷を受ける前の一瞬の姿を捉える(室温でダメージのない測定が可能)
- > 超高速現象の観察(時間分解測定)

#### (資料提供:北海道大学・西野吉則教授)



マイクロ液体封入アレイ (MLEA)





T. Kimura, Y. Nishino, et al., Rev. Sci. Instrum. **91**, 083706 (2020).

溶液試料を薄膜でサンドイッチし、真空中で保持

"生きた"細胞の観察



# CDI実験装置: MAXIC-S

- <u>100 nm</u>集光XFELを用いたCDI用 共用実験装置。
- 1µm集光XFELを用いたCDI装置 MAXIC (Multiple Application Xray Imaging Chamber)の後継機。 さらなる分解能の向上を目的とし て開発された。



2018年度より運用開始

SACLA BL2 EH4b

#### Cr/C多層膜集光鏡

- 集光ビームサイズ 水平方向: 110 nm (FWHM) 垂直方向: 60 nm (FWHM)
- $7\mu \perp \sim \pi : > 4 \times 10^{20} \text{ photons/cm}^2$

X-ray wavelength: 3.1 nm Camera Length: 320 mm

Best Resolution =  $\lambda/\theta_{max}$ ~ 2.0 nm (@ edge of the detector)

### 燃料電池触媒の担体構造・アイオノマー被覆状態の解析

NEDO「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業」 「PEFC評価解析プラットフォーム」にて北海道大学が実施(電子科学研究所 西野吉則教授)





#### 触媒インク



PtC: TEC10V30 (田中貴金属) Pt担持率: 28.9 wt% カーボン担持体: VULCAN® XC72

アイオノマー: D2020 (Chemours) PFSA 20% dispersions

I/C比:1.0 (重量)

SACLAにおける測定結果をもとに、シミュレーション(性能予測)へのアイオノマー被覆 構造、触媒凝集構造の情報を提供 (資料提供:北海道大学・西野吉則教授)

まとめ

- SACLAの特徴を活かすことで、X線分析に強力な選択肢が追加 される。
  - •化学反応のようなフェムト秒スケールの高速現象を可視化できる。
  - •X線によるダメージを受けていない試料の本来の姿を観察できる。
  - ナノスケール材料の高分解能観察、ダイナミクス解析に有用。
- SPring-8とSACLAを相補的に利用することで、幅広い時間・空間スケールを対象とすることができる。
  - ・階層構造を持つ複雑なシステムに対し、多様な分析法でアプローチできる。
  - 試料に関して知りたい情報が特定されていれば、SACLAで狙い撃ちも 可能。

# SACLA産業利用推進プログラム

SACLAの利用に習熟した大学・研究機関の研究者の協力のもと、産業界ユーザーがSACLAを使って産業利用振興に必要な調査研究を実施する。



- 2020年度は4件の課題を採択
- 産業界ユーザーのみの応募も可能

http://xfel.riken.jp/topics/sacla\_sangyo\_2021.html

16