

# PF 懇談会だより

## ユーザー紹介

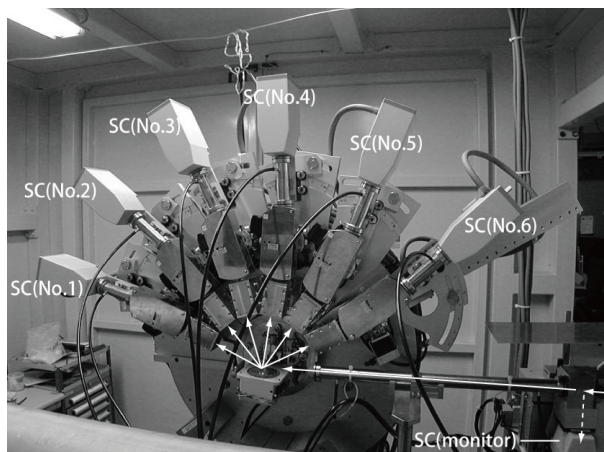
### 粉末回折ユーザーグループ紹介

名古屋工業大学 井田 隆

粉末回折ユーザーグループは、PFの粉末回折実験ステーション BL-4B2 を本拠にしたユーザーグループであり、ユーザーグループの中でも最も古い歴史を持つものです。この実験ステーションでは、結晶性粉末あるいは多結晶試料の平均的な結晶構造をX線回折法によって調べることを主な目的とした実験が行われます。PF BL-4B2 の粉末回折計は、一つの回折計が6本の腕を伸ばし、それぞれの腕に独立に動作する分析器と検出器が備えられた独特のデザインを持っています。

このデザインは、1994年に虎谷（現リガクX線研究所）らが、軌道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、高精度かつ広範囲な回折強度データを8h～12h程度の実用的な時間で収集することが可能です。最近軌道放射光施設に新しく設置される粉末回折計には同様のデザインが採用されることが多く、米国APSの11-BM-B粉末回折ビームラインでは検出器12連装の粉末回折計が使われており、英国DiamondのI11粉末回折ビームラインでは検出器45連装の粉末回折計の設置が計画されています。

X線回折実験には、単結晶一粒を試料として使う単結晶法と、粉末試料を使う粉末法があります。純物質の安定な結晶構造を精密に調べる目的では単結晶法の方が有利な場合も多いのですが、粉末法では金属やセラミックスなどの実用的な材料をそのままの状態で調べることができますから、新規材料を開発する研究や、実用材料の評価をする研究では必要不可欠な方法です。BL-4B2の検出器多連装型粉末回折計を用いれば、実験室型粉末回折計に比べて、高品質な粉末回折強度データ、高精度な構造情報が得られます。



BL-4B2の検出器多連装型粉末回折計

粉末回折ユーザーグループのメンバーの活動分野は、結晶学や物性科学、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、薬学など広い分野に亘ります。

材料分野では、エネルギー資源を有効に活用するための新規材料開発や、材料特性向上のための技術開発が重要視されています。例えば電気/化学エネルギーを変換する二次電池や燃料電池、電気/力学エネルギーを変換する圧電素子、熱/電気エネルギーを変換する熱電素子に使われる材料の多くに合金やセラミックス系の多結晶性無機材料が使われており、これらの材料の構造と材料特性の関係を明らかにして、構造科学的な視点から合理的な材料設計の指針を得ることが望まれています。

正確な粉末回折データを正しく解析すれば、原子の平均的な位置だけでなく、熱振動による原子位置のゆらぎや、化学結合による電子密度の変化を実験的にとらえることができると考えられています。本ユーザーグループの八島らは、電池材料として用いられるイオン伝導体や混合伝導体、可視光に反応して水素を発生する光触媒などについて精密な電子密度解析を行い、イオンの移動のダイナミクスや、電子状態と特定の原子の間の共有結合性との関係などを明らかにする研究を行っています。

医薬品や有機材料も製品としては粉末の状態で供されることが多いので、やはり粉末の状態で構造を評価することが重要だと言われています。薬品の製造プロセスを変更した時に、得られる製品の結晶構造がわずかに変化して薬効が変わってしまうことが大問題になる例もあるそうです。

純粋な物質であっても、低温や高温で相転移を起こす物質では、相転移後にモザイク状の構造に変化して、単結晶法による構造解析手法が使えなくなる場合があります。このような場合でも粉末回折法は使えるので、粉末回折法は実用材料の評価だけでなく、固体物理分野の基礎研究でも有効な方法です。

BL-4B2ビームラインは、設置当初から協力ビームライン（ユーザーグループ運営ステーション）として位置づけられ、粉末回折ユーザーグループが主体となって装置の保守やユーザー支援などを行ってきました。また、軌道放射光だけではなく、実験室X線源や中性子を用いた方法も含めて粉末回折の方法論全般を主題とする研究会「粉末回折法討論会」をこれまでに4回開催し、関連する分野と相補的な関係を築いています。

軌道放射光粉末回折実験は特殊な手法と思われるかもしれませんが、BL-4B2での粉末回折実験では、実験室の回折計を使うよりもむしろ試料の準備が簡単で、紛らわしさが少なく豊富な情報を含むデータが容易に得られるのでデータの解析も楽になるなど、単純に使い勝手が良いという面もあります。さらに広い分野の研究者に有効に活用してもらえるように、ユーザーグループの活動を発展させていきたいと考えています。

連絡先：井田 隆（代表） [ida.takashi@nitech.ac.jp](mailto:ida.takashi@nitech.ac.jp)

中尾朗子（所内担当） [akiko.nakao@kek.jp](mailto:akiko.nakao@kek.jp)

## 粉末回折 UG からの要望

**1. 粉末回折ビームラインでは設置当初から協力ビームラインとして運営を手伝わせていただいております。装置の細かい改良や修正、補修などを行ってきました。施設に経費を負担していただいた場合もあるのですが、手続きや審査の方法が明確でなく、多くの場合に迅速な対応が困難です。保守に関わる経費をあらかじめ予算化していただければその範囲で対応できると思います。**

→ PF からの回答

日頃よりユーザーグループ運営ステーション（以下 UG 運営 ST）として BL-4B2 の運営を担っていただき感謝致します。特に Nature Materials や J. Amer. Chem. Soc. 等の学術誌への論文掲載がなされるまでにビームライン・実験装置の性能を上げ、またユーザーの育成を図られたことに感謝致します。

以前の協力ビームラインの覚書では予算申請手順等が不明確でしたが、UG 運営 ST の実施要領の中に手続きを含め明記しました。PF では所内の各グループから主幹へ各ビームライン群単位で予算要求を提出し、過去の実績、次年度以降の活動計画をふまえて予算配分を行っています。UG 運営 ST についてはビームライン担当者経由で予算申請をして下さい。原則的に予備費のみの配分は行いませんが、緊急を要する故障対応等については、PF 側所員 / グループリーダー経由または直接予算担当主幹にご相談ください。

**2. PF のスタッフの人数が少ないのが本質的な問題だと思いますが、特に若いスタッフが自分の研究をするための十分な時間と設備、資金、支援者が得られるような体制を整備していただきたいと思います。例えば構造科学分野のスタッフが、専有的に使用できる実験室 X 線源の回折計を持っていないようでは、装置開発においてもユーザーサポートにおいても能力を発揮しづらいのではないのでしょうか。**

→ PF からの回答

ステーション数に対するスタッフ数が他施設と比較して著しく少ないことは PF の抱えている大きな課題です。ただ、今の日本では J-PARC を建設しても殆ど定員は増えず、人件費の毎年 1% 削減の嵐の中で大幅定員増を実現することは極めて困難な状況にあることはご理解頂けると思います。解決策の一つとしてお願いしているのが UG 運営 ST や教育用 BL 制度です。またビームライン統廃合の中で、負荷を軽減する努力や外部資金を獲得して要員を増加する努力も継続しています。ユーザーの皆様におかれましてはポストドクや大学院生を中長期的に PF へ派遣頂ければ双方にメリットがあると思います。

研究環境の整備は PF 内に居る者にとっては有り難いご意見ですが、予算、装置維持のマンパワー、場所等に限りがあり、機構の本務である共同利用とのバランスを取りながら進める必要があると考えています。

ご指摘の様に、若手スタッフが研究・開発を展開するこ

とは重要で、「物構研職員および大学院生（総研大・特別共同利用研究者）の優先ビームタイム」制度を設けています。UG 運営 ST の運営 WG メンバーの方も所員等と同様に申請いただけます。また、PF 内にも X 線準備室他で何台かの回折計等を用意しています。

**3. 実験室での粉末回折測定と比べると、軌道放射光粉末回折測定では波長を任意に選べるのが本来は利点とならずですが、従来はビームライン光学系と回折計光学系の調整の煩雑さのために波長の変更が困難でした。その点で STARS の導入には期待しています。なるべく早く具体的な使用例など詳細な情報が公開されることを望みます。**

→ PF からの回答

X 線を使ったことのないユーザーが XAFS を測定するように、二結晶分光器の制御ソフトが適切に書かれていれば、エネルギーの変更は難しいことはありません。また、ビームライン光学計をきちんと調整していれば、かなり大きくエネルギーを変えてもビームが 0.1 mm 動くこともありません。技術的なことは BL 担当者や制御系担当者にご相談頂くのが適当ですが、不十分な場合はグループリーダーまたは主幹にご相談ください。

**4. 精密な回折測定では、実験ホールや実験ハッチ内、モノクロメータなどの温度の変動によって観測強度が変動する可能性があることが気になります。相対値で良いので、温度変動を 0.01 K のオーダーで記録、閲覧可能な温度モニタを設置していただければと思います。**

→ PF からの回答

ホール内にもいくつか温度計、湿度計等を設置し、その記録は <http://pf-hall.kek.jp/atmosphere.html> から参照できます。この感度は 0.01 ~ 0.02 deg 程度はあり、BL-4 下流では 1 日の温度変動がほぼ 0.3 deg 程度以内に収まっていることがご覧頂けると思います。

X 線強度の変動としてどの程度のことを問題とされているのか分かりませんが、経験的には空調の直射を避ければ、通常の実験で問題となるほどの温度変動はないと理解しています。長期的にハッチ内の温度を 0.01 deg 以内に保とうとすると、かなり高度の恒温室並の仕様が求められると思われれます。通常の実験で 0.01 deg の安定性が必要な事は希ですので、どういった点が具体的に問題となっているのか、もう少しご説明ください。

UG 運営 ST に限らず、実験上で問題となっている点がある時は、まずはビームライン担当者等にご相談ください。この時注意していただきたい点は、双方が研究者、技術者であることと云うことを意識して、可能な限り客観的なデータを用意していただくことです。このようなデータと説明文があれば、仮にビームライン担当者が答えられなくても、PF 内のより詳しい人間に相談し、解決策を見いだすことも容易になります。必要は発明の母と云われるように、問題は性能向上の源ですので、ご協力をお願いします。

## 構造物性 UG ミーティング報告

ユーザーグループ代表 野田幸男

熊本大学黒髪キャンパスでの日本物理学会 2009 年秋季大会に合わせて、恒例の構造物性ユーザーグループミーティングを開催した。前回のミーティングで、食べ物屋での議論だけでなく、落ち着いて議論できる場を作る方が良いということとなった。そこで今回は、物理学会のインフォーマルミーティングとして第 1 部を開催し、その後、第 2 部としてこれまでどおり食事をしながらの話し合いを行った。初めての物理学会会場でのインフォーマルミーティングであったが、第 1 部に 42 名の方が集まり、大いに議論が盛り上がった。構造物性研究センターが立ち上がったこと、J-PARC も本格的に稼働したもあり、これまでの「PF 構造物性ユーザーグループを中心として、SPring-8、中性子からの報告」というスタイルを取り払い、J-PARC の中性子・ミュオンを巻き込んだ構造物性グループのミーティングを目指して開催した。多数の方から最初の IM で報告を行ってもらえることが出来て大変盛況であった。

### < 構造物性グループインフォーマルミーティングー 1 ー >

日時：2009 年 9 月 26 日（土）17:30-19:10

場所：物理学会 RK 会場

議題：施設報告 PF, PF-AR, J-PARC, JRR-3, SPring-8

#### 1. 挨拶

最初に、PF の構造物性ユーザーグループ野田世話人（東北大学）から、この構造物性グループミーティングの発足の昔話から、今回、物理学会の会場でインフォーマルミーティングをすることになった経緯が紹介された。

#### 2. 施設報告

##### (a) ミュオン

KEK 門野氏より、J-PARC で建設されたミュオン施設について紹介頂いた。超低速ミュオンの装置は予算措置がないために立ち上げられていないが世界的にみてここでしか出来ない実験ができるので、ぜひ立ち上げたいという説明があった。

##### (b) 中性子【1】

JAEA の新井氏より、J-PARC の加速器の状況から、MLF の装置群の建設状況の説明があった。最近の成果として、高効率の非弾性散乱実験を実現する多重 E 測定の実証実験を紹介頂いた。また、共同利用の応募状況、今後の共同利用の在り方などの紹介もあった。

##### (c) 中性子【2】

KEK の瀬戸氏より、KEK の J-PARC での 4 つ装置の紹介があった。高分解能粉末回折装置 (HRPD)、全散乱装置 (NOVA)、反射率測定装置 (ARISA)、高分解能チョッパー (HRC) それぞれ、今後共同利用として使えるようになるので、積極的に利用してほしいとの話をしていた。ま

た、J-PARC 全体の共同利用の体制をどうするかが、議論の対象となりユーザーにとって良い体制を作ろうとしていることが紹介された。最後に、構造物性ユーザーグループの方の積極的な J-PARC 利用のために施設の装置を紹介するパンフレットを皆に配る事となった。

関心のある方は、<http://j-parc.jp/MatLife/ja/administrative/files/mlf.pdf> より、パンフレットを見てください。

##### (d) 放射光【KEK】

KEK の中尾（裕）氏より PF, PF-AR で構造物性ユーザーグループで利用する装置群として、BL-4C:4 軸回折計、BL-3A:4 軸回折、2 軸回折計 + 超伝導マグネット、BL-8A, 8B: イメージングプレート回折計、BL-16A: 共鳴 X 線散乱実験用軟 X 線 2 軸回折装置、AR-NE5: 高温・高圧下 X 線回折装置が紹介された。それぞれの装置の特徴、アクセサリとして何がありどんな実験が可能なのかが説明された。

##### (e) 中性子【3】

東北大学の野田氏より、J-PARC SHRPD の S 課題が立ち上がったことや現在の回折計の性能を具体的に説明頂いた。また、JRR-3M に設置された 4 軸回折計 FONDER のオプションとして大型湾曲 2 次元中性子検出器の導入の話が進んでいることが報告された。

### 3. 構造物性研究センターについて

KEK 物構研の構造物性研究センター (CMRC) について、センター長の村上氏より CMRC の組織図を用いながら強相関電子系、表面・界面系、極限環境下物質系、ソフトマター系を 4 つを重要なテーマとし、それぞれグループリーダーの下に研究を行うことが紹介された。さらに、それぞれのテーマごとに立ち上げられた 5 つの研究プロジェクトに関して説明がなされた。また、センターでの研究は、外部の大学・研究所等との密接な連携が重要であること、最近の筑波大学との連携についてなど、説明された。

### 4. 最後に

今回の構造物性ユーザーミーティングを 物理学会 3 日目 3/22 (月) に開催することを決定し、ミーティング第 1 部を終了した（その後、物理学会 2 日目 3/21 (日) に変更となった）。

ほぼ貸切状態のバスで会場を移動し、引き続き、いつものスタイルで食事を取りながらのミーティングを行った。

### < 構造物性グループインフォーマルミーティングー 2 ー >

日時： 9 月 26 日 19:50-22:00

場所： 海鮮豚屋 憲七百

参加者：40 名程度

#### 1. 新人紹介

恒例により構造物性ユーザーグループミーティングに初めて参加された方々に自己紹介をして頂いた。特に、物性研の上田氏からは、最近の Cr 酸化物の研究の話、さらには若手研究者への注文など、研究会での講演とは違う話を

伺うことができ、大変盛り上がった。

## 2. その他

今回は、大変おめでたいことに、結婚される（た）方が3人も、ミーティングに集まりました。それぞれの方に、結婚の報告をして頂き、皆でお祝いました。

最後に、KEKの下村氏、JAEAの藤井氏からの挨拶を頂き、会を終了した。

【次回の構造物性ユーザーミーティング】は、物理学会2日目3/21（日）、岡山のおいしいお店を既に予約しております。今回参加された方は次回もぜひご参加下さい。また新しい方の参加も大歓迎です。ぜひ本ミーティングを、皆様の予定に入れておいて頂ければ幸いです。

UG ミーティングの報告記事も掲載していきますので、投稿をお待ちしています。

## 2009年度PF懇談会 第2回幹事会議事録

日時：2009年10月13（火）14時30分～16時30分

場所：KEK4号館2階輪講室1

出席者：三木邦夫、足立伸一、手塚泰久、谷本育律、中野智志、千田俊哉、野村昌治、伊藤健二、五十嵐教之、松葉豪、若槻壮市、栗栖源嗣

### 1. 報告

○放射光学会・合同シンポ：1月6日～9日

於：イーグレ姫路 次年度はつくば

○PFシンポジウム：3月9日～10日

於：エポカルつくば

○放射光基礎講習会：9月7日

東京大学本郷キャンパスで開催。

- ・75名の定員を超える申し込みがあった。
- ・プログラムがタイトで消化不良の感があった。
- ・実習を含む講習会を施設と共催の形での開催も考える。

○PF談話室整備と長期保存用ロッカー運用開始について：

- ・すでにメール等で告知済み。
- ・ユーザーに感想や意見を聞いて施設側にフィードバックし、さらなる充実を目指す。
- ・アンケート内容や方法を考える←利用幹事マター
- ・談話室にPF懇談会のポスターや申込用紙を置く。

○3 GeV 運転廃止に関するアンケート集計

- ・基本的には受け入れる姿勢であるが、物質物理UGの中に強く存続を希望するグループがあり、高圧UGからも施設側の進め方に関する意見が挙がっている。一度ユーザーと施設側と話し合いの場を設けたい。

- ・今年末に廃止の目処として11月のチームタイム配分委員会までに会合を開く。
- ・対象はメタUG、PF執行部、PF懇談会幹事
- ・3 GeVを必要とする実験の内容、これまでの成果、今後の要望等について、ユーザー側に資料を準備していただき、事前に施設側に提示する。
- ・資料提出の依頼は中野利用幹事に一任。
- ・PF懇談会会員以外からも存続を希望する意見があった。（←懇談会入会を薦める）

○PF-ISACからの答申に基づく問題点（野村主幹）

- ・PACの採択率が高い（95%）
- ・チームタイム配分率が高い
- ・学位論文の登録
- ・UG運営ST、教育用BLの評価指針
- ・新規ユーザーの開拓
- ・学位取得課題への優先

PF懇談会としてどのような取り組みができるか？

- ・3月のPFシンポでPF懇談会の時間を利用して問題提起してユーザーの意見を聞く。
- ・学位論文の登録については、PF懇談会がフォームを用意して個別に問い合わせることも可能か？

### 2. 協議事項

○カードケース配布について（手塚利用幹事）

- ・入会促進のために、IDカードケースとネックストラップを新規会員を中心に、全会員に配布する案。
- ・カードケース：700枚を購入。「PF懇談会」又は「PF Kondankai」と印字。
- ・購入費約21万円はPF懇談会の予算から支出することを幹事会決定事項として運営委員に報告。
- ・3月の運営委員会での決算中間報告で運営委員の承認をもらう。
- ・PF懇談会の宣伝と入会促進が目的なので配布方法を効果的にやる。
- ・PFシンポでキャンペーンをはって広く宣伝する。
- ・新規会員には入会特典として書類と共に郵送。
- ・希望者のみ直接事務局で手渡し。
- ・紛失、破損の場合は実費交換。
- ・ネックストラップ：基本的に企業からの提供。手持ちがない企業には原案を提示して直接発注してもらう。参考値段。ネーム入り100個で65000円。提供企業の拡充が必要。

○技術者育成に関する提案（手塚利用幹事）

- ・業績評価のシステムから、論文数など表面的な成果のみで評価され、汗をかいた対価を適切に評価されず、現場のモチベーションを下げることもなりかねない。技術者を評価するシステムは放射光実験全体の問題であり、懇談会での議論は難しいが、とりあえずできることとしてチームライン担当者や装置の改造を行った人に十分なacknowledgeをする方法を考える。
- ・BL担当者にcitationされた論文等のリストを提出して

もらい、PF 懇談会ホームページに BL 一覧を作って掲載する。利用幹事から各ビームライン担当者に資料の提出をお願いし、資料の掲示を広報幹事が行う。

#### ○若手研究者の育成

- ・ ナショナルトレーニングセンター (丁稚奉公) 制度の実施
  - ・ BL での雑用を手伝いながら、技術の習得を図るのが目的。
  - ・ 期間は 1 カ月単位。居室、宿舍の便宜を図る。可能ならば手間賃を払う (大学連携、加速器支援事業等外部資金が財源)。
  - ・ 実施に際しては、施設側、学生双方にメリットがなければならぬので、1) 施設側が負担にならずに実施できるか 2) コミュニティーとして面倒をみる事ができるか等の課題がある。
- まず、懇談会から大学教員にアンケートを取る。←利用幹事マター

### 3. その他

#### ○リング状況配信システムの進捗状況

ワーキンググループを立ち上げようとしているところ。ビームダンプの状況、原因と回復用途を、登録された携帯電話と web の両方に同時に配信する。課題は 1) 登録とリセットの方法、2) PF と AR を分けるのか ←利用幹事マター

## BL-6A の廃止に係わる PF 懇談会 タンパク質結晶構造解析ユーザーグループ との会議議事メモ

日時：2009 年 10 月 13 日 (火) 13 時～14 時 30 分

場所：KEK 4 号館 2 階輪講室 1

出席者：三木邦夫、千田俊哉、栗栖源嗣、藤本瑞、若槻壮市、伊藤健二、野村昌治、小林克己、加藤龍一、足立伸一、五十嵐教之

#### 議事内容

1. 若槻施設長より、タンパク結晶構造解析用のビームラインの現状の説明があった。その中で、新しく BL-1A が来年 4 月からユーザーに公開される、ビームラインスタッフの余裕がない、BL-6A は偏向電磁石のラインでユーザーからの利用希望が少ない、等の理由から、3 月末で BL-6A を廃止したいという提案があった。
2. これに対する質疑応答で、ユーザー側から、BL-6A は古いビームラインで効率が悪い、新しく BL-1A が公開されるのでユーザーのビームタイム希望を満たすことが出来る、と言うことから提案に賛成できるという意見があった。
3. PF 懇談会長の三木先生から、提案の説明および質疑応答から、提案内容は懇談会として納得できるものであり、懇談会として BL-6A の廃止を了承する、という発言があった。

## 「PF 懇談会主催 PF ユーザーの集い」 開催のご案内

来年 1 月に姫路市で開催される放射光学会年会・合同シンポジウムにおいて、「PF ユーザーの集い (PF 懇談会主催)」を下記の通り開催致します。広く PF ユーザーの皆様にお集まりいただき、PF の現状について施設側からご報告いただくとともに、PF 懇談会会員への実験ホール入退室用カードケース配布の実施、技術者育成に関する提案、利用課題選定方法の改善提案等についてご議論いただきたいと思っております。どうぞこの機会に積極的にご参加いただき、皆様の忌憚りの無いご意見をお聞かせ下さい。予定している議題を PF 懇談会ホームページに掲載いたします。

日時：2010 年 1 月 6 日 (水) 16:00～17:00

場所：イーグレひめじ A 会場 (あいめっせホール)

## PF 懇談会入会のご案内

PF (Photon Factory) 懇談会は放射光を利用する研究活動を効果的に推進するため、PF の発展、会員相互の交流、利用の円滑化を図る利用者団体です。主に次の様な活動を行っています。

- ・ 会員相互の情報交換、会員の放射光利用に関する要望のとりまとめ
- ・ ユーザーグループ活動の促進
- ・ PF シンポジウム、放射光基礎講習会などの学術的会合の開催
- ・ PF 将来計画の立案とその推進

PF での皆様の研究活動をより多いものにするためにも PF 懇談会へのご入会をお勧めいたします。なお、ユーザーグループは懇談会の下に作られた組織ですので、ユーザーグループへの参加には懇談会の入会が必要です。

詳しくは PF 懇談会ホームページをご覧ください。

<http://pfwww2.kek.jp/pf-kondankai/index.html>

<お問い合わせ>

PF 懇談会事務局 森史子

029-864-5196 pf-sec@pfiqst.kek.jp