

### 2018年度量子ビームサイエンスフェスタ 学生奨励賞について

PF-UA 行事幹事 伏信進矢  
J-PARC MLF 利用者懇談会 行事幹事 大原高志

2019年3月12日～13日の日程で開催された量子ビームサイエンスフェスタでは6件の学生奨励賞が授与されました。この奨励賞は2011年の第28回PFシンポジウムから始まったもので、今回も若手研究者の優秀な研究発表に対して「学生奨励賞」を授与することとし、対象を「学生が筆頭著者のポスター発表」で、放射光、中性子、ミュオン、低速陽電子などを利用して得られた研究成果としました。奨励賞応募ポスター数は70件でした。多くの応募をいただきまして、関係者一同感謝いたします。

審査項目は多岐にわたっており、研究内容の将来性、本人の貢献度、成果の達成度、研究方法の新規性や独創性、内容を明確に伝える分かりやすい発表か、質疑応答の内容、などを重点的に審査しました。審査には最終的に97名の審査員が参加しました。いずれの発表も力作ぞろいであり、僅差で複数の発表が並びましたが、審査項目の合計点から上位6名を受賞者としてしました。発表タイトルと受賞者名を下記に掲載しました。

授賞式は懇親会中に行われ、それぞれに賞状と記念のトロフィーが清水PF-UA会長、久保J-PARC MLF利用者懇談会会長から授与されました。審査員の先生方には限られた時間の中、多くの審査をお願いしたにもかかわらず、非常に熱心に審査をいただき、大変感謝しております。また、ポスター発表全般、並びに奨励賞に関して事務局の方々にも大変お世話になりました。なお、本学生奨励賞はPF-UAとJ-PARC MLF利用者懇談会の共催で、大原高志(MLF利用者懇談会/JAEA)、伏信進矢(PF-UA/東大)、



奨励賞受賞者の皆さん【左から：清水敏之 PF-UA 会長（東京大学教授）、周健治氏（東大）、石原正輝氏（東大）、石坂優人氏（北大）、降旗大岳氏（総研大）、山田寛太氏（山口大）、久保謙哉 MLF 利用者懇談会会長（ICU 教授）、小野寛太 実行委員長（KEK）。江尻智一氏（東工大）は都合により欠席。】

船守展正(KEK 物構研)、松浦直人(CROSS)、引田理英(KEK 物構研)、大井元貴(JAEA)が担当いたしました。

#### <学生奨励賞受賞者>

- ◆江尻智一（東京工業大学理学院）  
『しきい光電子源を用いた超低エネルギー電子-CH<sub>4</sub>、NH<sub>3</sub>衝突全断面積の測定』
- ◆山田寛太（山口大学工学部応用化学科）  
『オペランド観測によるコバルト触媒上の吸着アニオン挙動と触媒活性との相関』
- ◆降旗大岳（総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科）  
『細胞内 GTP センサーの進化的解析に向けたナメクジウオ P15P4K の X 線結晶構造解析』
- ◆石坂優人（北海道大学大学院生命科学院）  
『鉄硫黄クラスターが関与する tRNA チオ化修飾酵素の詳細な反応機構解明を目指した研究』
- ◆石原正輝（東京大学新領域創成科学研究科）  
『生きた細胞上の GPCR1 分子動態計測』
- ◆周健治（東京大学大学院理学系研究科）  
『ポジトロニウムレーザー冷却のための新しいシリカキャビティとガンマ線検出手法の試験』

### ユーザーグループ発足のお知らせ

平成30年11月12日に23番目のPF-UAユーザーグループ「原子力基盤研究」（代表・岡本芳浩/日本原子力研究開発機構）が発足しました。

このユーザーグループは、原子力分野および福島第一原発（1F）事故対応の研究に関わるユーザーが集まり、関係分野における放射光利用、1F事故対応の情報共有、また若い世代の研究参加を目指しています。

以下にユーザーグループ紹介をいただきましたので、ぜひ御覧ください。

### 新ユーザーグループ 原子力基盤研究ユーザーグループの紹介

日本原子力研究開発機構  
岡本芳浩（代表）、本田充紀、谷田肇  
KEK 物構研 宇佐美徳子

#### 1. ユーザーグループ設立の経緯

ひょっとしたらご存じない方もおられるかもしれませんが、PFには、一般の実験ホールから隔離され、入域が制限されているBL-27ステーションがあります。なぜ隔

離されているのか？ですが、ビームを使用して実験するエリアが、核燃料物質及び非密封 RI の使用区域になっているからです。BL-27 ステーションは、放射性物質取扱い専用の放射光ビームラインとして、日本原子力研究開発機構 JAEA（当時の日本原子力研究所）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）の共同で建設されました。ビームラインには、速断バルブや RI 検査ポートなど、万が一の際に放射性試料による汚染を最小限に食い止めるための仕組みが組み込まれ、動作試験などで安全に運用できることが確認された上で、1992 年から利用を開始しました [1]。それ以来、日本における核燃料や RI を利用した放射光実験を、今日まで支えています。BL-27 ステーションは、軟 X 線を扱う BL-27A と硬 X 線を扱う BL-27B の 2 つのブランチビームラインから構成されており、使用するエネルギー帯で使い分けています。

この度、BL-27 ステーションが JAEA から KEK へ譲渡されることになり、それに伴いユーザーグループの運営により再スタートすることになりました。原子力基盤研究ユーザーグループは、同じく BL-27 ステーションを使用している放射線生物ユーザーグループと協力し、同ステーションを運営し、今後も活用していく方針です。

## 2. BL-27 ステーションの歴史

BL-27 ステーションでは、これまでに多くの核燃料物質及び RI を使用した放射光実験が行われてきました。合金、酸化物、塩化物、フッ化物などのウラン化合物をはじめ、ウラン溶液など多種にわたっています。その中で、ウランやトリウムを含む高温溶融塩の XAFS 測定 [2,3] やウラン溶液系の電解その場 XAFS 観察 [4] といった、世界的にも珍しい特殊な実験も行われてきました。RI では、テクネチウム、アメリシウムやネプツニウムの化合物の XAFS 測定実績があります [5]。このような実験が実現した背景には、PF スタッフ及び放射線科学センターの皆さんによる惜しみない協力がありました。実験にあたっては、関係者と事前に相談するのですが、頭ごなしに否定するのではなく、「どうにか実現できないか」「実験させてあげよう」という常に前向きなスタンスで対応していただきました。以上、過去の記録のように書きましたが、もちろん、これらの実験は、その気になれば今でも実施可能です。

BL-27 ステーションのユーザーは JAEA 関係者（旧・原研から）が中心ですが、他研究機関や大学による使用実績も豊富にあります。特に、KEK の大学共同利用機関法人という性格もあり、原子力分野の多くの学生さんが使用して成果をあげています。BL-27 での成果を中心に学位を取得し、今でも BL-27 を使い続けているという人もいます。最近では、フランスやイギリスから核燃試料を運んできて（この場合は輸入に相当）、BL-27 ステーションで XAFS 測定を実施しています。わざわざ海外から核燃試料を日本にまで持ち込み、来日して実験していくことから、BL-27 ステーションが世界的にも数少ない、放射性物質取扱い専

用放射光ビームラインの 1 つであることがご理解いただければと思います。

## 3. 今後の活動方針について

原子力基盤研究ユーザーグループは、原子力分野の放射光利用ユーザーの交流の場として活動しようとしています。その中でも、福島第一原発事故への対応は重要なテーマであり、現在の BL-27 ステーションの実験課題にもいくつか該当するものがあります。最近では、粘土鉱物中のセシウムの化学状態分析 [6] やウランを含む模擬デブリの XAFS 分析 [7] を実施しました。廃炉作業は長期化する見込みであり、放射光分析技術を利用してどのように貢献できるかを考えること、それを担う次世代の放射光ユーザーを育てることは、ユーザーグループの重要な責務だと考えています。

ところで、ユーザーグループの設立が BL-27 ステーションの運営とリンクしている関係で、発足にあたってのメンバーは、BL-27 ユーザーのみから構成されています。しかしながら、原子力基盤研究は BL-27 ステーションのみで行われるわけではありません。したがって、他のビームラインユーザーでも、原子力基盤研究に関わってるぞ、あるいは興味があるぞという方の参加も大歓迎です。前述のように、BL-27 ステーションは実験ホールから隔離されている関係で、残念ながら他のビームラインと交流が乏しい傾向があります。このユーザーグループも、閉じた集まりになってしまうのではないかと心配しています。管理区域の扉を開くことはさすがに出来ませんが、研究者どうしの交流の扉はどんどん開き、先輩ユーザーグループの皆さんにご指導いただきたいと考えています。発足したばかりの原子力基盤研究ユーザーグループを、どうぞよろしく願います。

- [1] H.Konishi *et al.*, Nucl. Instr. Phys. Res., **A372**, 322 (1996).
- [2] Y.Okamoto *et al.*, J. Nucl. Sci. Tech., **39**(3), 638 (2002).
- [3] M.Numakura *et al.*, Prog. Nucl. Ener., **53**, 994 (2011).
- [4] A.Uehara *et al.*, Radiochim. Acta, **104**, 1 (2016).
- [5] T.Nishi *et al.*, J. Nucl. Mater., **374**, 339 (2008).
- [6] M.Honda *et al.*, J. Phys. Chem. C, **120**, 5534 (2016).
- [7] Y.Okamoto *et al.*, Prog. Nucl. Sci. Tech., **5**, 200 (2018).

## 位相計測ユーザーグループ紹介

東北大学多元物質科学研究所 高野秀和

### 1. 概要

X 線の位相変化をイメージングに利用すると、吸収差を可視化する従来のイメージング法に比べ、特に軽元素試料に対して高いコントラストが得られます。このような「位相コントラスト」は、高輝度光である放射光で比較的容易に生成できるため、生体組織やソフトマテリアル材料等の

観察において広く応用されています。画像検出器から出力される位相コントラスト像は吸収情報等、様々なコントラストが混ざっていますが、測定や計算により位相変化の定量値を引き出す「位相計測」を行うことで、定量性の高いトモグラフィへ適用ができ、物体の密度分布を高感度で三次元計測（位相トモグラフィ）することができます。本ユーザーグループは、百生敦先生（東北大学・教授）を中心として2002年に設立され、「位相計測」をキーワードとしたX線イメージング研究者のグループとして活動を行い、2017年より高野が代表を引き継いでいます。

位相計測を行うには様々な手法があります。結晶によって参照光と物体光を分離し、二光束干渉計を形成するBonse-Hart干渉計の他、試料による微小屈折（位相の微分情報）を、アナライザ結晶のロッキングカーブ特性を利用して抽出するdiffraction enhanced imaging (DEI)法、X線格子から生じるタルボ効果を利用して抽出するタルボ干渉計、が主に用いられます。現在PFで位相計測を行っているビームラインは（BL-3C, BL-14B, BL-14C）です。特にBL-14Cには分離型X線結晶干渉計が常設されており、生体組織を中心に様々な応用観察が行われています。以下では近年の代表的な成果について紹介します。

## 2. 高分解能位相計測 (BL-3C) [1,2]

BL-3Cでは、結像型X線顕微鏡をベースとした高分解能位相計測が筑波大のグループにより行われています。フーコーナイフエッジをX線結像素子（フレネルゾーンプレート）の後焦点面で走査するという、オリジナリティの高い方法により位相計測を行います。5~8 keVのX線領域において、サブミクロン分解能での位相トモグラフィが可能です。

## 3. 常設型 Bonse-Hart 干渉計 (BL-14C)

BL-14Cには分離型 Bonse-Hart 干渉計が常設されています。BL-14は光源に縦型ウィグラーを採用しており、数cmの視野を有する大視野位相計測が可能です。干渉計はフィードバック制御により高い安定性を実現しており、密度分解能  $0.3 \text{ mg/cm}^3$  (17.8 keV) での高感度位相計測が可能です [3]。応用は生体組織を中心に行われており、ラットの脳組織 [4, 5]、腎臓 [6]、肝臓 [7]、精巣 [8] 等、無染色での三次元計測が行われています。また、動作中のリチウムイオン電池塩濃度変化観察 [9] や、高い密度分解能を活かしたサーモグラフィイメージング [10]、屈折率実部と虚部の同時計測による実効原子番号イメージング [11] 等、ユニークな視点での応用も進められています。

## 4. アナライザ結晶による位相計測 (BL-14B)

BL-14Bでは結晶を用いた DEI 法及び dark field imaging (DFI) 法が行われています。Bonse-Hart 型干渉計に比べると感度は劣りますが、ダイナミックレンジの広い計測が可能です [12]。輪島塗漆層の経年劣化観察への応用が行われており [13]、平面状試料の三次元計測が可能なラミノグラフィ法の導入も行われています [14]。

## 5. DEI 法及びX線格子干渉計 (BL-14C)

BL-14Cでは前述の常設型干渉計の他、多目的定盤を用いた位相計測のアクティビティも行われています。DEI法による位相計測では、ガスハイドレート試料の観察 [15, 16] への応用展開がされており、トモグラフィ再構成法の研究 [17] や、多重反射を利用した高感度計測法の研究 [18] も行われています。

BL-14Cの大きな特徴は、硬X線領域白色放射光が利用できることです。縦型ウィグラーで白色光を利用できるビームラインは世界的にも類を見ません。タルボ干渉計は白色でも動作する干渉計であり、大強度ビームを利用した時間分解計測に利用されています。ポリマーブレンドの加熱による相分離過程観察 [19] の他、試料動作と同期をとるストロボスコピック撮影により、 $3 \mu\text{s}$  の高速イメージングにも応用されています [20]。

## 6. おわりに

PFにおけるX線位相計測のアクティビティについて紹介させていただきました。位相計測はそのバラエティも広がっており、コヒーレント回折法やタイコグラフィ法等、高分解能手法の普及も進んでいます。また、格子干渉計を用いた計測法は、放射光光源のみならず実験室光源を用いた位相計測法としてその利用が広がっています。様々な応用が進められており、位相計測によりどのようなサイエンスが解明できるかという、アプリケーションの視点がより一層重要になってきています。潜在的アプリケーションはまだまだの開拓の余地があると感じていますので、ユーザーグループとしても取り組んでいければと考えております。

- [1] N. Watanabe and S. Aoki, *Microsc. Microanal.* **24** (Suppl 2), 166 (2018).
- [2] N. Watanabe *et al.*, *AIP Conf. Proc.* **1696**, 020044-1 (2014).
- [3] A. Yoneyama *et al.*, *J. Phys., Conf. Ser.* **425**, 192007 (2013).
- [4] T-T. Lwin *et al.*, *Acta Radiologica Open*, **5**, 1 (2016).
- [5] S. Kokubo *et al.*, *Med. Imag. Tech.* **32**, 116 (2014).
- [6] R. Shirai *et al.*, *J. Synchrotron Rad.* **21**, 795 (2014).
- [7] T. Kanahashi *et al.*, *Anat. Rec.* **299**, 8 (2016).
- [8] K. Terazaki *et al.*, *Med. Imag. Tech.* **33**, 203 (2015).
- [9] D. Takanomutsu *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.* **140**, 1608 (2018).
- [10] A. Yoneyama *et al.*, *Sci. Rep.* **8**, 12674 (2018).
- [11] A. Yoneyama *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **103**, 204108 (2013).
- [12] H. Okamoto *et al.*, *J. Wellness & Health Care* **42**, 51 (2018).
- [13] 岡本博之, 水野薫, 金沢大学つるま保健学会誌 **37**, 51(2013).
- [14] K. Hirano *et al.*, *J. Synchrotron Radiat.* **23**, 1484 (2016).
- [15] S. Takeya *et al.*, *Can. J. Chem.* **93**, 983 (2015).
- [16] H. Sharifi *et al.*, *J. Phys. Chem. C* **122**, 17019 (2018).

- [17] N. Sunaguchi *et al.*, PLOS ONE **10**, e0135654 (2013).  
 [18] Y. Wu *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **54**, 096701 (2015).  
 [19] Y. Wu *et al.*, Proc. SPIE **10391**, 103910E (2017).  
 [20] M. Orbinado *et al.*, Appl. Phys. Express **6**, 096601 (2013).

## 表面科学ユーザーグループの紹介

東京大学物性研究所 吉信 淳  
 立教大学理学部 枝元一之  
 慶應義塾大学理工学部 近藤 寛  
 東京工業大学理学院 小澤健一  
 KEK 物構研 間瀬一彦

表面科学ユーザーグループ (UG) は、平成 27 年 7 月の UG 継続申請に際して、表面化学と表面 ARPES が合併して発足した。表面化学 UG および表面 ARPES UG は、真空紫外および軟 X 線の放射光を用いて固体表面の電子状態、化学状態、ダイナミクスなどに関する研究を長い間独立して行ってきた。近年それぞれの研究分野が広がり境界領域が共通化し、表面 ARPES と表面化学のメンバーの重複も大きくなった。そこで、平成 27 年春に表面化学 UG 代表の吉信 (東大物性研) と表面 ARPES UG 代表の枝元 (立教大学) が UG の合併を合同の UG ミーティングで提案し、了承された。

現在の表面科学 UG の活動をまとめると次のようになる。

- BL-3B に常設された ARPES- II およびオフラインの ARUPS10 の管理・運営。
- BL-13B に常設された高分解能光電子分光装置 (SES200) の保守、高度化とユーザーの支援。
- BL-13B に準常設された高分解能光電子分光装置 (Phoibos および AP-XPS) の管理とユーザー支援。
- それぞれの装置群を利用する新規ユーザーの開拓と、研究会やセミナーを通じての教育。
- PF シンポジウムや放射光学会などの機会を利用したユーザーグループミーティングの開催と情報交換。

以下では、表面科学 UG が利用している PF のエンドステーションとその成果について簡単に紹介したい。

BL-3B に設置された角度分解光電子分光装置 (ARPES-II) を用いて固体表面・界面の電子物性を解明することを目的として、弘前大学理工学研究科の加藤博雄教授 (当時) を中心として旧表面 ARPES UG は設立された。BL-3B は PF と弘前大学理工学研究科との協定に基づき、平成 21 年 12 月より大学運営ステーションとして運営された。その間、表面 ARPES UG が中心となり ARPES-II を運用してきた。大学運営ステーションとしての運用は平成 26 年度をもって終了し、平成 27 年度より PF と表面科学 UG との協定に基づき、UG 運営ステーションとして運営されている。BL-3B は現在の PF では貴重な 100 eV 以下の光を利用できるビームラインであり、価電子帯および浅い内殻準

位に対して表面敏感な光電子分光 (PES) 測定を行うことができる。常設の測定システムは電子分光器を回転させる旧タイプであるが、試料準備チェンバーが設置されており、試料作製等に試行錯誤を要する研究をビームタイム以外の時間で行うことができる。これらの特性を活かし、現在有機薄膜-基板界面における電荷機構の解明 [1]、有機太陽電池における界面準位アラインメントの解明 [2]、新規材料物質としての酸化物超薄膜の開発と電子状態の解明 [3] 等の研究が行われてきた。

APPLE-II アンジュレーターによる輝度の高い可変偏光 VUV/SX 光を利用できる BL-13B に常設された SES200 システムでは、位置敏感型検出器を備えた高分解能電子分光器、イオンガンと LEED を含む超高真空試料調製チェンバー、ロードロックチェンバーを兼ねた有機分子蒸着真空チェンバーを有している。この特徴を活かして、活発な最先端研究が行われている。表面科学 UG のメンバーは、「有機分子-電極系の構造・電子状態と電荷移動ダイナミクス」(2009S2-007)、「エネルギー変換材料の表面界面物性：VUV/SX 放射光分光による研究」(2012S2-006)、「先端軟 X 線分光の融合による活性触媒の電子状態と反応活性に関する研究」(2015S2-008)、「BL-13B 光電子分光システムのマイクロ測定を目指した高度化と機能性材料の精密物性評価研究」(2018S2-005) という S2 課題を通じて、PF からのサポートだけでなく各メンバーの競争的研究資金や運営費交付金などを投入して SES200 システムの保守管理、高度化、利用、そしてポスドクや大学院生の教育を行ってきた。

表面科学 UG メンバーが参画したこれらの S2 課題では、時代のさきがけとなる研究課題を掲げ、放射光表面科学の発展を目指してきた。ここでは、いくつかの研究成果を紹介したい。BL-13B では、3 台のエンドステーションが串刺しで設置されている ([http://pfwww.kek.jp/users\\_info/station\\_spec/bl13/bl13a.html](http://pfwww.kek.jp/users_info/station_spec/bl13/bl13a.html))。一番先頭に位置する SES200 では試料基板を有機蒸着チェンバー (ロードロック) から導入でき、事前に試料調製が可能なので、機動的に高分解能内殻光電子分光や角度分解光電子分光の測定を行うことができる。単層グラフェンの原子状酸素によるエポキシ化過程と加熱によるグラフェンの再生を高分解能内殻光電子分光で観測した研究 [4]、可視光応答半導体光触媒である Nb ドープ SrTiO<sub>3</sub> の電子状態の研究 [5]、ZrB<sub>2</sub> 表面に作製されたシリセン単層構造の第一原理計算と高分解能内殻光電子分光による確定 [6] などは、試料作製グループや理論グループと吉信グループとのコラボレーションによる成果である。さらに、他の放射光施設で得られた結果と組み合わせられた研究も増えてきている。例えば、東工大の小澤らは、ルチル型、アナターゼ型二酸化チタン (TiO<sub>2</sub>) の良く規定された単結晶表面での光励起キャリアの挙動と光触媒活性を系統的に調べ、光励起キャリアのどのような性質が光触媒活性と密に関連するかを検証する研究を進めている。光触媒活性は、SES200 を用いた光電子分光測定から、吸着種の光分解脱離速度を決定することで評価している。一方、

光励起キャリア挙動は、SPring-8のBL07LSUにて実施した時間分解軟X線光電子分光により評価した。両者の結果を比較すると、酢酸の光触媒分解反応では、キャリア寿命と反応次数の間に直線関係があることが明らかにされた(図1) [7]。これは、キャリア寿命が光触媒活性を決める因子であることを実験的に明示した重要な結果であり、光触媒発現機構の理解に大きく寄与するものと期待できる。

また、KEK物構研で開発された新しい非蒸発型ゲッター(Non-evaporable getter, NEG)である無酸素パラジウム/チタン(Pd/Ti)の最初の表面分析もBL-13Bで行われた[8]。無酸素Pd/Tiは150°Cで12時間ベーキングして室温に戻すと水素(H<sub>2</sub>)と一酸化炭素(CO)を排気する、活性化と大気導入とを繰り返しても排気速度が低下しない、Pdの触媒作用で脱ガスを抑制する、といった特長を持つ。BL-13BでのXPS測定で、Pd表面の炭素汚染が排気性能の劣化の原因となること、酸素雰囲気下でベーキングすることで炭素汚染を除去できること、H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、CO、CH<sub>4</sub>のガス放出も抑制されることがわかり、H<sub>2</sub>に対する排気速度が2倍程度に改善された[9]。また、BL-3BでのXPS測定により無酸素Pd/Tiを280°C以上に加熱するとTiが表面に拡散して酸化するため、排気性能が低下することが確認された[10]。こうした成果を無酸素Pd/Tiを利用した製品開発にフィードバックすることにより、2019年3月末には無酸素Pd/Tiを利用したICFゼロレングスNEGポンプが市販されるに至った。本研究は放射光表面科学が機

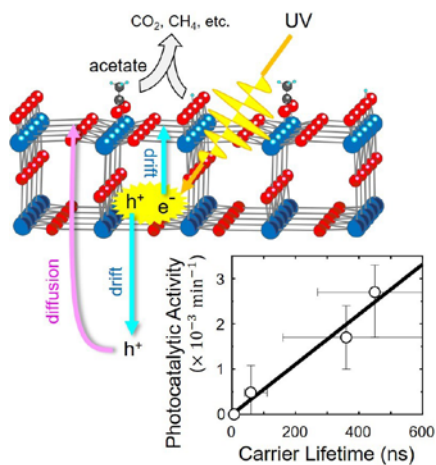


図1 TiO<sub>2</sub>表面上での吸着酢酸分子の光触媒活性と光励起キャリアの相関関係と光触媒分解の模式図

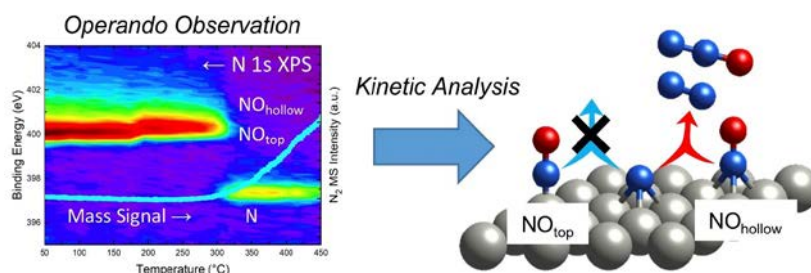


図2 Rh触媒におけるNO還元反応のNAP-XPSと質量分析によるオペランド観測と速度論的解析に基づく反応モデル

能性材料の性能向上と製品化にも大きく貢献することを示す好例である。

BL-13Bの2番目に位置する準常設のPhoibos光電子分光システムは、東大物性研の吉信グループが設置・運用している。このシステムでは、液体ヘリウムで冷却できるサンプルホルダーに試料を直接取り付けて、任意の温度に試料を冷却・加熱することができる(20~1200 K)。5連のチャンネルトロン検出器をもつ電子分光装置が設置された超高真空チェンバーには、質量分析計と低速電子回折装置が装備されている。さらに、低熔点金属や有機分子を蒸着するための移動型クヌーセンセルを装着できる小型チェンバーがゲートバルブを介して連結されている。このPhoibos光電子分光システムでは、主に金属単結晶表面における吸着分子の状態や反応についての研究が行われてきた。代表的な研究としては、遷移金属ステップ表面における表面内殻準位シフトを利用したCO吸着サイトの研究[11]、Rh(111)表面におけるシクロヘキサン分子の表面反応や脱離における同位体効果[12]、水素の吸着・吸蔵におけるPd系合金の電子状態の観測[13]などが挙げられる。

BL-13Bの3番目の準常設エンドステーションとして、慶應大学近藤グループにより準大気圧X線光電子分光(NAP-XPS)システムが設置され、運用されている。このシステムは国内の放射光施設に初めて設置された雰囲気光電子分光装置であり、数々の先駆的な研究がなされてきた[14-16]。最近の例の一つとして、Rh触媒によるNO還元反応に対してNAP-XPSおよび質量分析によるオペランド観測を行なって研究を紹介する[17]。得られた結果(図2左)について速度論的解析を行うことによって、2種類の表面NO種のうちどちらが反応に活性であるかを解明した(図2右:ホローサイトのNOが活性)。このような反応進行中の触媒近傍の気相種と触媒表面種の同時観測に基づく速度論的解析(Operando-Kinetics解析)は世界のトレンドとなっており、今後、触媒反応の理解に大いに寄与すると考えられる。

以上のように、表面科学UGは、現在BL-3BやBL-13Bのエンドステーションを中心に活動を行なっているが、BL-7やBL-16などにおいても放射光を活用した表面科学研究を行なっている。表面科学UGは常にオープンであり、放射光表面科学に興味のある研究者の加入を歓迎します。特にBL-13Bにおけるエンドステーションの高度化と測定に興味のある研究者や大学院生の積極的な参加を希望いた

しますので、興味のある方は本記事の著者に連絡をして下さい。

## 参考文献

- [1] K. Ozawa *et al.*, J. Phys. Chem. C **120**, 8653 (2016).
- [2] X. Hao *et al.*, Organic Electronics **15**, 1773 (2014).
- [3] T. Hasegawa *et al.*, Surf. Sci. **606**, 414 (2012).
- [4] Md. Zakir Hossain *et al.*, Nature Chem. **4**, 305 (2012)
- [5] S. Kawasaki *et al.*, J. Phys. Chem. C **116**, 24445 (2012).
- [6] C.-C. Lee *et al.*, Phys. Rev. B **95**, 115437 (2017).
- [7] K. Ozawa *et al.*, Phys. Chem. C **122**, 9562 (2018).
- [8] T. Miyazawa *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. A **36**, 051601 (2018).
- [9] T. Miyazawa *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. A **37**, 02160 (2019).
- [10] T. Miyazawa *et al.*, AIP Conf. Proc. **2054**, 060045 (2019).
- [11] S. Shimizu *et al.*, Surf. Sci. **608**, 220 (2013).
- [12] T. Koitaya *et al.*, J. Chem. Phys. **136**, 214705 (2012)
- [13] J. Tang *et al.*, Appl. Surf. Sci. **463**, 1161 (2019).
- [14] R. Toyoshima *et al.*, J. Phys. Chem. C **116**, 18691 (2012).
- [15] H. Kondoh *et al.*, Catal. Today **260**, 14 (2016).
- [16] R. Toyoshima *et al.* Chem. Commun. **53**, 12657 (2017).
- [17] K. Ueda *et al.* ACS Catal. **8**, 11663 (2018).

## 平成 30 年度第 4 回 PF-UA 幹事会・運営委員会議事録

日時：平成 31 年 3 月 12 日 (火) 12:20-13:20

場所：つくば国際会議場 303 会議室

出席者：[幹事会] 清水敏之（会長）、植草秀裕（庶務）、田中信忠（会計）、伏信進矢（行事）、平井光博（戦略・将来計画）、阿部善也（推薦・選挙管理）、米山明男（共同利用）[運営委員会] 小林寿夫、近藤寛、佐藤友子、佐藤衛、手塚泰久、宮脇律郎、山口博隆、足立伸一、雨宮健太、木村正雄、船守展正

・会長挨拶（清水 会長）・議事次第紹介（植草 庶務幹事）

### 【報告事項】

- ・行事報告（伏信 行事幹事）
- ・量子ビームサイエンスフェスタ（QBSF）、組織委員会、企業展示について
- ・会計報告（田中 会計幹事）
- ・平成 30 年度会計途中報告、剰余金を次年度に繰り越す予定
- ・総会議事次第（植草 庶務幹事）

### 【審議事項】（植草 庶務幹事）

- ・PF-UA 会則・細則改定
- ・PF-UA 会員からの意見について、必要に応じ 2019 年度中に対応することとした。

- ・審議の結果、総会に提案する改定案を決めた。
- ・IMSS と PF-UA の相互協力に関する覚書
- ・会則・細則改定後に覚書を締結することとした。

### 【その他議論】（清水 会長）

- ・英語を主として使う会員に向けて、ホームページや会則・細則の英語化を推進する。
- ・会員から意見のあった、運営委員会の定足数等について 2019 年度中に議論して結論を出す。
- ・PF-UA の会員になっているかどうかを本人が確認する方法について議論した。
- ・PF-UA が、UG の関係する行事の予算をサポートする際の手続きについて議論した。

## 平成 30 年度 PF-UA 総会 議事録

日時：平成 31 年 3 月 13 日 (水) 13:15-14:15

場所：つくば国際会議場 300 中ホール

- ・総会の定足・成立確認（植草 庶務幹事）  
定足数を満たしており、総会が成立していることを確認した。互選により、平井光博会員を総会議長に指名した。
- ・会長挨拶（清水会長）

### 【報告事項】

- ・会計報告（田中 会計幹事）
- ・平成 29 年度会計報告、30 年度会計途中報告を行った。
- ・行事報告（伏信 行事幹事）
- ・量子ビームサイエンスフェスタ（QBSF）、組織委員会、企業展示について報告を行った。
- ・PF-UA 活動報告（植草 庶務幹事）
- ・平成 30 年度の委員会、委員紹介、PF-UA の活動報告を行った。

### 【審議事項】（植草 庶務幹事）

- ・PF-UA 会則・細則の改定案について
- ・運営委員会の審議による改定の経緯を説明した。改定の内容について、会員資の整理、個人情報取り扱い規定、用語、項目、文言を実態に合わせることを説明した。会員からのご意見について 2019 年度中に検討し、必要があれば対応することを説明した。
- ・改定案を議決した。

### 【その他】（清水 会長）

- ・IMSS と PF-UA の相互協力に関する覚書を締結することを紹介した。
- ・PF-UA 会則・細則を英語化対応する予定を紹介した。
- ・PF-UA が、UG の関係する行事の予算をサポートする方法について議論した。

## ユーザーグループ一覧

2019年4月1日現在

1	XAFS	田渕 雅夫	名古屋大学
2	タンパク質結晶構造解析	海野 昌喜	茨城大学
3	小角散乱	櫻井 伸一	京都工芸繊維大学
4	放射線生物	横谷 明德	量子科学技術研究開発機構
5	粉末回折	植草 秀裕	東京工業大学
6	高圧	高橋 博樹	日本大学
7	構造物性	有馬 孝尚	東京大学
8	表面科学	吉信 淳	東京大学
9	固体分光	齋藤 智彦	東京理科大学
10	原子分子科学	小田切 丈	上智大学
11	核共鳴散乱	小林 寿夫	兵庫県立大学
12	位相計測	高野 秀和	東北大学
13	低速陽電子	長嶋 泰之	東京理科大学
14	医学利用	松下昌之助	筑波技術大学
15	X線発光	手塚 泰久	弘前大学
16	表面界面構造	近藤 敏啓	お茶の水女子大学
17	マイクロビームX線分析応用	高橋 嘉夫	東京大学
18	物質物理	八方 直久	広島市立大学
19	X線トポグラフィー	小泉晴比古	名古屋大学
20	動的構造	腰原 伸也	東京工業大学
21	鉱物・合成複雑単結晶	吉朝 朗	熊本大学
22	産業利用	米山 明男	(株)日立製作所中央研究所
23	原子力基盤研究	岡本 芳浩	日本原子力研究開発機構

## PF-UA 運営委員名簿

任期：2018年4月1日～2021年3月31日

朝倉 清高	北海道大学触媒科学研究所
東 善郎	上智大学理工学部
一國 伸之	千葉大学大学院工学研究院
植草 秀裕	東京工業大学理学院
奥田 浩司	京都大学大学院工学研究科
奥部 真樹	東京工業大学フロンティア材料研究所
鍵 裕之	東京大学大学院理学系研究科
小林 寿夫	兵庫県立大学大学院物質理学研究科
腰原 伸也	東京工業大学理学院
近藤 寛	慶應義塾大学理工学部
齋藤 智彦	東京理科大学理学部
佐々木 聡	東京工業大学フロンティア材料研究所
佐藤 宇史	東北大学大学院理学研究科
佐藤 友子	広島大学大学院理学研究科
佐藤 衛	横浜市立大学大学院生命医科学研究科
志村 考功	大阪大学大学院工学研究科
鈴木 昭夫	東北大学 大学院理学研究科
田渕 雅夫	名古屋大学シンクロトロン光研究センター
手塚 泰久	弘前大学大学院理工学研究科
沼子 千弥	千葉大学大学院理学研究科
増田 卓也	物質・材料研究機構
松村 浩由	立命館大学生命科学部
宮脇 律郎	国立科学博物館地学研究部
山口 博隆	産業技術総合研究所
横谷 明德	量子科学技術研究開発機構
足立 伸一	物構研・放射光科学第二研究系
雨宮 健太	物構研・放射光科学第一研究系
木村 正雄	物構研・放射光科学第二研究系
千田 俊哉	物構研・放射光科学第二研究系
船守 展正	物構研・放射光実験施設

## PF-UA 報告（今年度の活動）

庶務幹事 植草秀裕

2019年度4-7月運転が終わり、ひと段落というユーザーも多いのではないかと思います。PF-UAは、清水会長のもと、ユーザーの皆様の御協力をいただきながら第二年度の活動を進めて参ります。

2018年度はPF-UAの基礎である会則・細則を最近の情勢に合わせて整えました。その結果、3月の総会にて改定案をお認めいただきました。新しい会則・細則はホームページに掲載されておりますし、入会については、KRS上ですすでに対応を行っております。また、新しい会則・細則に基づき、IMSSとPF-UAとの相互協定に関する覚書を2019年4月に取り交わしております。

2019年度は引き続き、下記の活動を行う予定です。

- 1) 会則・細則の英語化
- 2) Webの整理と英語ページの作成
- 3) UGを予算的にサポートする方法の検討
- 4) 委員会の運営に関する規定を検討
- 5) 後期に次期会長の選出に関する手続きを開始する  
今期は秋季に幹事会・運営委員会の開催を予定しております。

PF-UAの役割りは、UG活動のサポート、そしてPF-UA会員の声を施設側に届けることです。PF-UAの活動について、ご意見がございましたら、PF-UA事務局にご連絡いただけましたら幸いです。

今後ともPF-UAへのご参加、ご支援よろしく申し上げます。

## 放射線生物ユーザーグループの紹介

国立研究開発法人 量子科学技術研究開発機構 横谷明徳  
東海大学 工学部 伊藤敦  
国立研究開発法人 量子科学技術研究開発機構 鈴木雅雄  
電力中央研究所 原子力技術研究所 冨田雅典  
国立研究開発法人 量子科学技術研究開発機構 神長輝一  
KEK 物構研 宇佐美徳子

### 1. 放射線生物ユーザーグループの目的と概要

本ユーザーグループ（以下、UG）は、単色X線・軟X線を利用して放射線生物作用の初期過程及び生物学的作用機構の解明を目指す研究の推進を図るため設立され、PFの発足当時から活動しています。近年の放射線利用技術の拡大及び医療・宇宙など放射線環境の増加に加え、2011年3月に発生した福島原発事故により、特に低線量放射線被ばくのリスクと作用機構を明らかにすることは喫緊の

課題となっています。放射線の線質による作用機構及び生物応答の相違、DNAの放射線損傷についても解明すべき点が多く、放射線生物影響のメカニズムの解明と放射線リスクの評価に関わる実験的知見の獲得は、放射光を利用した基礎研究と国民生活・社会との重要な接点でもあります。

本UGでは、高いエネルギー分解能を利用したDNAなどの生体分子の内殻イオン化とそれに応じた損傷生成や生体修復応答、及びマイクロビーム細胞照射技術を用いた照射部位限定法を主な研究手法とすることで、一般の放射線生物研究では実現できない技術的なブレイクスルーを実現し本研究領域を世界的に牽引してきました。ステーションに設置された装置運営の効率化を図るために、本年4月より、BL-27を主に利用する原子力科学UGとともに、ビームラインの分光光学系を含めた設備をPFと共同で運営するUG運営の体制に移行しました。

現在のUGの主な活動は次のようになります。

- BL-27Bに常設されたX線マイクロビーム（5.35 keV）を用いた生物試料照射装置の保守、高度化とユーザーの支援。
- BL-27Aに常設された軟X線（1.8～3 keV）の生物試料照射装置の保守、高度化とユーザーの支援。
- BL-27A、Bの側室に設置されている生物試料準備のための機器類の保守・管理とユーザー支援。
- BL-27以外のPFのビームラインを利用した、放射線生物影響研究のための利用実験。
- これらの装置や設備を利用する新規ユーザーの開拓と、PFシンポジウム（サイエンスフェスタ）や放射光学会などの機会を利用したユーザーグループミーティング及び研究会・セミナーの開催と情報交換。

以下に、本UGの研究課題のうち、最近得られた代表的な3課題について紹介します。

### 2. 軟X線誘発バイスタンダーシグナル伝達機構の解明 [2018G097]

従来、放射線生物影響は、放射線によりDNAに傷が生じることに起因するとして「標的理論」により説明されてきましたが、放射線によるDNAの初期応答に起因しない「非標的効果」がこの約30年間クローズアップされ、放射線防護上の意義が問題となっています。非標的効果の中でも、「放射線誘発バイスタンダー応答」は、放射線が照射された細胞の近傍に存在する、放射線がまったく照射されていない細胞にも、照射された細胞と類似の応答が生じる細胞間シグナル伝達の一つであり、臓器・組織内に照射細胞と非照射細胞が混在するような極低線量域でのリスクへの寄与が注目されていました。しかしながら、その議論に用いられた研究は、主に $\alpha$ 線などの粒子線を用いたもので



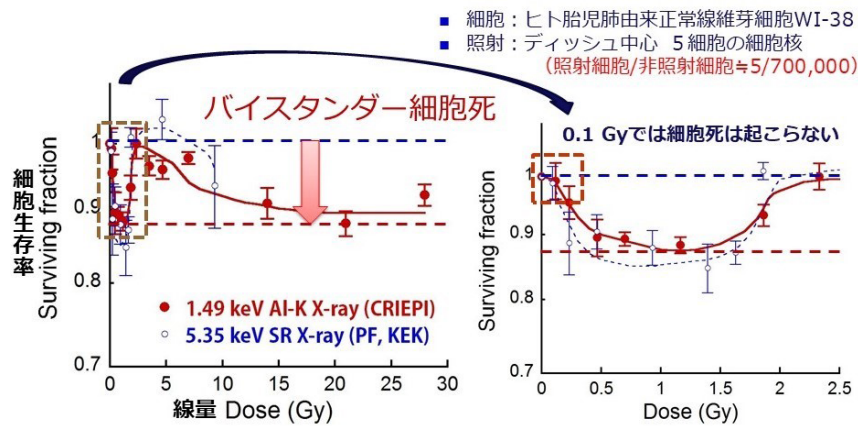


図1 マイクロビーム照射時のバイスタンダー細胞死の線量応答関係。1.49 keV Al-K X線 (CRIEPI) は、電中研のマイクロビーム装置を利用して得たデータ。右図は、左図の0 - 2.5 Gyの領域の拡大図。

あり、 $\gamma$ 線やX線によるバイスタンダー応答については十分に明らかにされていませんでした。

本課題ではX線マイクロビーム細胞照射装置を用いることで、培養ディッシュ上の一部の細胞（例えばディッシュの中心付近の5細胞の細胞核）のみに線量を変えて照射した時の応答を詳細に調べることで、ヒト正常線維芽細胞やげっ歯類細胞に生じるバイスタンダー細胞死について詳細に解析してきました。その結果、X線によるバイスタンダー応答には特徴的な線量応答関係があることを明らかにしました。まず図1に示すように、数100 mGyを超えたところから全体の10-20%程度の細胞に致死（細胞分裂の不活性化）が生じたことから、バイスタンダー細胞死が誘発されたことがわかります。さらに線量が2~3Gyまで高くなると一旦生存率が非照射と同程度に回復し、さらに線量が高くなると再び低下し、その後は線量に依存せずに一定値を示す複雑な2層性の線量応答関係を示します [1]。逆に100 mGy以下の個々の細胞への放射線のヒットが不均一となるような線量域では、バイスタンダー細胞死は生じないことを示唆しています [2]。

なぜこのような複雑な線量応答を示すのかについては、まだ理解されていません。本課題では、この現象を分子メカニズムの面から裏付けるために、ヒト毛細血管拡張性運動失調症 (AT) の原因遺伝子産物であり、DNA 損傷シグナリングや細胞周期チェックポイント、細胞死誘導などに広く関与する ATM タンパク質の重要性に着目した研究を行っています。これまでに、細胞核のみ、細胞質のみ、細胞全体を照射した細胞の遺伝子発現解析などから、ATM がバイスタンダー応答を誘発する際の細胞外シグナル伝達だけでなく、細胞内シグナル伝達にも関与することを明らかにしつつあります (論文投稿準備中)。さらに詳細な実験を実施し、低線量域におけるバイスタンダー応答の解明を目指します。

### 3. マイクロビームを細胞質に限定的照射したときに誘導される細胞応答 [2017G695]

低線量下では、DNA が格納されている細胞の核ではな

く、細胞質のみに放射線のトラックが通過する確率も高いと考えられます。そこでPFのマイクロビームのユニークな特徴である、スリットを用いた任意のビーム形状を最大限利用し、ミトコンドリアや小胞体など細胞小器官が存在する「細胞質のみ」への線照射の効果を調べてきました。実験には国内の細胞バンクより購入したヒト由来正常線維芽細胞を用いました。30  $\mu\text{m}$   $\times$  30  $\mu\text{m}$  に絞ったX線マイクロビームに対してその中心部分に直径22  $\mu\text{m}$  の金製ポストでX線を遮蔽したドーナツ状マイクロビームを作成しました。照射専用のマイラー膜を底とするディッシュに培養した細胞の核をあらかじめ蛍光染色により標識し、ドーナツ状マイクロビームの中心を照準して照射することによって、細胞質のみへのX線を照射を実現しました。まず最初に、全ての細胞の細胞質に対してドーナツ状マイクロビームを吸収線量が0.092 Gyとなるように照射しました(以下、前照射)。その後、3時間インキュベーター内で細胞を培養した後、今後は10  $\mu\text{m}$   $\times$  10  $\mu\text{m}$  に絞ったX線マイクロビームを細胞核に0.092 Gy照射し(本照射)、コロニー形成法により細胞致死効果を定量しました。得られた結果を基

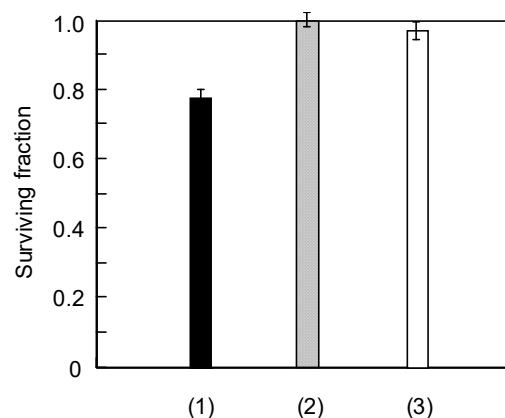


図2 細胞核、細胞質に限定的にX線を照射した時のヒト正常細胞の細胞致死効果。(1)細胞核のみに0.092 Gy照射,(2)細胞質のみに0.092 Gy照射,(3)細胞質に0.092 Gy照射→3時間炭酸ガスインキュベーター内で保持→細胞核に0.092 Gy照射場合を示す。

に、細胞質への前照射の有無により致死効果に違いが出るか否かを検証しました。

得られた結果を図2に示します。前照射せず、細胞核のみに0.092 Gy照射した時の生存率は、80%まで低下しました(図1の(1))。これに対し細胞質へのみ0.092 Gy照射(前照射)し、その後の細胞核への本照射を行わなかった場合、ほぼ生存率はほぼ100%でした(図1の(2))。これは、細胞質のみへの照射では細胞死が誘導されないことを示唆しています。さらに、前照射の後に細胞核照射を行った場合、生存率は97%となりました(図1の(3))。これは、統計学的には細胞質のみの場合と有意な差が無く、細胞が放射線に対して抵抗性を獲得したことを示しています。以上の結果から、細胞死を誘導しないような低線量のX線が予め細胞質に照射された場合、何らかの細胞応答が生じそれに引き続く細胞核照射による放射線損傷を軽減する効果(放射線適応応答)が誘導されていることが示唆されました。

#### 4. 器官培養したマウス精巣に対するすだれ状X線マイクロビーム照射と精子形成に与える影響 [2017G565]

より生体に近い三次元的に構築された細胞組織として、実際のマウス胎児から取り出した精巣を器官培養し、これを試料として放射光X線マイクロビームを照射実施しました。組織レベルで「放射線がヒットする細胞とヒットしない細胞が混在する」状況を人為的に作り出すことで、不均一な放射線照射場が精子形成に与える生物学的影響について検討しました。当課題のグループの佐藤、小川らにより開発された、精子幹細胞から生殖能のある精子まで分化誘導を可能とする器官培養法を利用し[3]、分娩後7日目のAcr-GFPトランスジェニックマウスの精巣を摘出し、1 mm<sup>3</sup>程度の大きさのブロックに切り分けた後1.5%アガロースゲル上で培養しました。この器官培養(ex vivo)試料をPFに持ち込み、マイクロビーム照射を実施しました。X線は、横幅200 μmとする縦長ビームを400 μmの間隔で“すだれ”状に照射しました。質量エネルギー吸収係数から算出される試料に対するビームの透過率は約53%であり、照射部位の吸収線量は5 Gyでとなります。また比較のため、試料全体にX線2.5 Gyを照射した場合、及び非照射(コントロール)の場合についても同様に実験を行いました。照射後オフラインの蛍光顕微鏡を用いて、20日間に渡り試料の観察し、GFP蛍光発現により精子形成能を評価しました。

その結果、これまで実現不可能だった精子形成に対する不均一放射線照射場影響をリアルタイムで顕微鏡下に観察することに成功した。まず、精巣組織全体に均一にX線を照射して精子形成を検討し、線量依存的に精子形成が一次的あるいは永久的に阻害されるのが確認されました[4]。これらは臨床的に一時的不妊、永久不妊に相当するものと考えられます。さらに、マイクロビーム照射範囲を操作し、精巣体積約50%に当たるように5 Gyを照射した場合(すなわち2.5 Gy換算相当)と、2.5 Gyを全体に照射した場合で、精子形成阻害の程度に明らかな違い(Tissue-sparing

effects)が認められました(論文投稿中)。「放射線がヒットする細胞とヒットしない細胞が混在する」という不均一放射線照射場条件では、組織当たり同じ被ばく線量であっても精巣組織内の空間的な照射分布条件の差異によって精子形成に対する放射線影響が変わることが示されたこととなります。このように、組織レベルでの放射線被ばく応答を鑑みると、組織感受性が線量率(時間)、線量分布(空間)などの放射線被ばく条件によって変化する可能性が示唆されました。

#### 参考文献

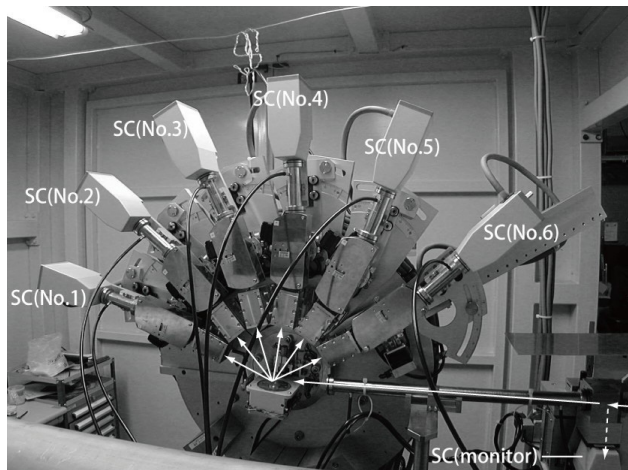
- [1] M. Tomita *et al.*, *Radiat Res.* **173**, 380-385 (2010).
- [2] M. Tomita & M. Maeda, *J Radiat Res.* **56**, 205-219 (2015).
- [3] T. Sato *et al.*, *Nature* **471**, 504-507 (2011).
- [4] Fukunaga *et al.*, *Radiat. Res.* **189**, 661-617 (2018).

## 粉末回折ユーザーグループ紹介

東京工業大学 植草秀裕

粉末回折ユーザーグループは、ユーザーグループ運営ステーションである BL-4B2 の利用を中心に活動しており、高分解能粉末回折データ測定や高温炉アタッチメントを用いた環境制御測定による、広い分野での研究が行われている。この実験ステーションには、検出器多連装型軌道放射光粉末回折計 MDS (Multiple Detector System) [1] が設置されており、この回折計は特に高分解能粉末回折データデータをリーズナブルな時間で測定できることが特徴である。MDS は放射光の高輝度・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で測定するために、1994 年に虎谷 (リガク) らが、世界で初めて開発したものである。高分解能を実現するために、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採用しているが、測定時間を短縮するために、20 軸上に 25° 間隔で 6 系統の検出器系を備え、複数の 20 区間を同時に測定できる特長を持っている。

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、さらに井田(名古屋工業大学)らがデータ解析のための実用的なソフトウェアを開発・整備した [2, 3]。回折計は  $\theta$  軸、 $2\theta$  軸を持ち、試料の量や特性に応じて、平板回転型試料台を使った反射型測定と、キャピラリー回転試料台を使った透過型測定が可能である。平板回転型試料台はホルダーを面内回転することで選択配向効果を減少させ、さらに回折する粉末粒子数を増やす効果がある。少量の試料を測定できる透過型測定では、キャピラリー試料台を  $\theta$  軸に設置し回転させることで、選択配向効果を回避できる。環境制御測定については、大気環境下で 1500°C 以上の温度での測定を可能にする高温炉アタ



BL-4B2 の検出器多連装型粉末回折計

ッチメントがユーザーにより開発されている [4,5]。このような大気環境下での高温制御は機能材料などが実際に使われる状態に近く、セラミック材料や鉱物の測定で大いに利用されており、このステーションの大きな特長となっている。実際にこのステーション利用者の半数以上がこの高温炉を使った測定を行っている。

粉末回折法は多数の単結晶の集まりである粉末試料全体からの回折を測定するため、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に向いており、新規材料の開発や、実用材料の評価に不可欠となっている。BL-4B2 の検出器多連装型粉末回折計を用いれば、実験室型の装置に比べて、高品質な粉末回折強度データが得られ、そこから高精度な結晶構造・電子密度情報が得られるといえる。

粉末回折ユーザーグループのメンバーは、結晶学や物性科学、構造化学などの基礎分野や応用物理、応用化学、無機材料工学、薬学などの広い応用分野から参加している。例えば材料分野のうちエネルギー関連物質としては、電気/化学エネルギーを変換する二次電池や燃料電池の素材開発が盛んに行われており、多様な多結晶性無機材料の構造と物性の関係を明らかにし、構造科学的と材料設計の融合が期待されている。一方、医薬品や有機材料も粉末結晶の状態が使われるため、やはり粉末の状態で構造を評価することが重要である。また医薬品原薬の製造プロセスでは、環境変化により相転移や脱水などが起き結晶構造および物性が変化する。この場合、試料は単結晶状態を保たないため粉末回折データを使った解析を行う必要がある。

BL-4B2 で測定した高分解能かつ正確な粉末回折データを正しく解析すれば、結晶格子の微細な変化や、結晶構造中の原子位置だけでなく、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まで解析が可能である。このような測定データの特長を生かし、ユーザーグループのメンバーが現在推進中の研究の一部を以下に短く紹介する。

高温にて高分解能粉末回折データが測定できることは、高温状態で使用する材料の性質を理解へとつながる。八島らは、酸化物イオン伝導体の新しい構造ファミリーである  $Mg_3TeO_6$  型構造をもつ  $Ca_{0.8}Y_{2.4}Sn_{0.8}O_6$  を見出し、MDSにて 1273 K で測定した粉末回折データから高温における結晶構造を明らかにした [6]。得られた構造に基づき結合原子価法によるエネルギー計算から 1273 K の  $Ca_{0.8}Y_{2.4}Sn_{0.8}O_6$  において三次元のイオン伝導経路があることを明らかにした。

地球史を探る上で重要な鉱物は、一般に対称性が低く未知の微細な複合組織を含むことも多い。そのため高分解能 PXRD 測定は大変効果的である。三宅らは、高温変成の主要鉱物である珪線石 ( $Al_2SiO_5$ ) とムライト ( $Al_2[Al_{2+2x}Si_{2-2x}]O_{10-x}$ ,  $x = 0.17-0.59$ ) の混合物を MDS の高角度分解能を活

かして解析し、両相の分離と相転移温度の決定に成功した [7]。また、両相間の高温での僅かな格子定数変化には二つの系統があることを見出し、それらが組成変化と Al/Si 無秩序化とに起因すること、その温度圧力条件との関係を明らかにした [8]。

高温超伝導体候補物質である  $(\text{Pr,Nd})_4\text{Ni}_3\text{O}_8$  においても、高分解能粉末回折データのリートベルト解析から重要な知見が得られている。上原らは超伝導の阻害要因の一つと考えられる Ni 頂点位置の過剰酸素の作成条件による増減を、 $\text{NiO}_2$  面内の Ni 及び酸素の変位から見積ることに成功した。これは高温超伝導が発現する作成条件の最適化を行う上で極めて重要な情報となる [9]。

抗菌剤である医薬品原薬ピペミド酸の白色粉末である 3 水和物結晶は、アルコール等の有機溶媒蒸気により黄色に変化するというベイクロミズムを示した。これは蒸気による単結晶状態を保たない脱水和転移であるが、植草らは BL-4B2 で測定したピーク分離のよい粉末回折データを用い、有機結晶の粉末未知結晶構造解から結晶構造を明らかにした。脱水和に伴う分子内のプロトン移動が結晶の色変化を引き起こすメカニズムを解明した [10]。

リチウムイオン電池やナトリウムイオン電池に使用される電極材料や電解質の特性は主として結晶構造により決定される。西村らはそれらの電池材料の結晶構造解析に、MDS の特徴であるアナライザ結晶による高角度分解能、吸収補正フリーな反射型光学系、試料周辺の空気散乱排除などの利点を組み合わせた高品質データを活用している。微量の試料でも高統計精度のデータが短時間に測定可能な BL-8A/8B も相補的に使用して、新物質探索や電池反応機構解析など電池特性の起源に迫る研究を展開している [11, 12]。

放射光粉末回折実験は特殊な手法と思われがちだが、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という面もある。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る。初めてこの装置を使用するユーザーにはユーザーグループのメンバーが測定のサポートを実施しており、測定を計画している方はぜひご相談いただきたい。

本紹介はユーザーグループ運営ステーション BL-4B2 運営ワーキンググループメンバーからの原稿を代表者がとりまとめたものであり各位に感謝する。

連絡先：植草秀裕（代表）uekusa@chem.titech.ac.jp

中尾裕則（所内担当）hironori.nakao@kek.jp

- [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] M. Yashima, M. Tanaka, K. Oh-uchi and T. Ida, *J. Appl. Cryst.* **38**, 854 (2005).
- [5] M. Yashima, K. Oh-uchi, M. Tanaka and T. Ida, *J. Am. Ceram. Soc.* **89**, 1395 (2006).
- [6] R. Inoue, K. Fujii, M. Shiraiwa, E. Niwa and M. Yashima, *Dalton Trans.* **47**, 7515 (2018).
- [7] Y. Igami, S. Ohi and A. Miyake, *J. Am. Ceram. Soc.* **100**, 4928 (2017).
- [8] Y. Igami, S. Ohi, T. Kogiso, N. Furukawa and A. Miyake, *Am. Mineral.* **104**, 1051 (2019).
- [9] M. Uehara *et al.*, *J. Phys. Soc. Jpn.* **86**, 114605 (2017).
- [10] A. Sakon *et al.*, *Cryst. Growth & Des.* **16**, 4635 (2017).
- [11] S. Nishimura *et al.*, *Angew. Chem. Int. Ed.* **54**, 8939 (2015).
- [12] A. Panigrahi *et al.*, *Chem. Mater.* **49**, 4361 (2017).

## 高圧ユーザーグループ紹介

日本大学文理学部 高橋博樹  
KEK 物構研 亀卦川卓美  
室蘭工業大学 関根ちひろ  
九州大学大学院理学研究院 久保友明  
東京大学大学院理学系研究科 鍵裕之

高圧ユーザーグループは、高圧と放射光を実験手段として物質の高圧下における挙動を研究するユーザーによって構成され、固体物理、地球科学、固体化学、材料科学など幅広い分野にまたがっています。圧力は、物質の原子間距離を変え、多くの物性変化を引き起こします。このことから固体や液体の構造・物性・反応等を理解するためのパラメータとして、圧力の重要性は広く認識されています。高圧グループでは、X線測定技術以外にも、高圧発生装置とその制御系ならびに高温や低温などの周辺技術の開発を共同で行ってきた歴史を持ち、グループ内には高い共同体意識が培われてきました。高圧装置にはさまざまな種類がありますが、高圧力を保持するためには、試料の周りに圧力を封入するための容器や壁があり、高圧下で実験するためにはいくつかの障壁を通してX線を導入し、また障壁を通して散乱されたX線を検出する必要があります。このことが、高圧実験が高エネルギーの放射光を必要とする理由の一つです。また、高い圧力を目指すためには加える荷重を増やすよりは試料を小さくする方が有利です。圧力の高い実験になるほど微量試料からのシグナルを得るために高輝度の放射光が必要になります。このような必要性に基づき開発された高圧発生技術と各種測定技術は着実に進歩しており、広範な温度・圧力領域で精密な高圧データが得られています。これらの蓄積された実験技術を継承し、X線回折実験に加え、イメージング、メスバウワー分光、X線発光分光、X線吸収など新しい測定方法の開発も行い共通の技術的・学問的發展を目指しています。

高圧ユーザーグループの研究分野は多岐にわたります。固体物理や固体化学の分野では、高圧下で観測される物理現象の基礎データとして結晶構造データが必要となり、結晶化学的には高圧下の高密度状態での構造に興味もたれています。また、第一原理計算による高圧下の結晶構造との対比も行われています。一方、地球科学の分野では、地球や惑星の内部構造を理解するために高温高圧条件下での実験が欠かせません。マルチアンビルプレスをを用いた高温高圧実験が行われています。

高圧ユーザーグループが使用しているビームラインは、AR-NE1A, NE5C, NE7A, PF BL-18Cです。そのうちBL-18Cはユーザー運営ステーションとして、AR-NE7Aの高圧実験装置MAX-IIIはユーザーグループ運営装置として運営委員会ワーキンググループが、PFと協力して、機器の定常的な維持・管理及び、一般ユーザーの実験支援、新規ユーザーの教育を行っています。

各ビームラインの現状は以下の通りです。

### AR-NE1A

50 keV, 30 keV, 14.4 keV の3種類の単色光が使用でき、PF-ARの単バンチ運転を利用したメスバウアー散乱実験のために、通常の光学系に高分解能分光器を挿入して14.4 keVの光を準超単色化する仕組みが整備されています。実験装置はYAGレーザー加熱光学系を備えたDAC実験ステージと、低温高磁場下での高圧実験ができる低温クライオスタットが整備されています。ビームタイム期間中には、DACによる(レーザー加熱)超高压回折実験の他に、超伝導マグネットを用いた超伝導体の高圧下メスバウアー実験や、表面・界面のメスバウアー実験、S型課題の単結晶高圧構造解析など実験手法・装置の異なる課題が混在しています。そのため、実験装置の入れ換えや光学系調整に掛かる時間を短くするために、ユーザーへの希望調査時に前もって大凡の割り当て期間を伝えるなどの工夫をしています。



DACを用いた(レーザー加熱)超高压回折実験装置



低温強磁場下でのメスバウアー実験装置

### AR-NE5C

AR-NE5Cには、大型プレスMAX80が設置されており、白色X線(20 keV ~ 140 keV)を用いたエネルギー分散法と2結晶モノクロメータで単色化したX線を用いた角度分散法による高温高圧下のX線回折実験が可能です。また、X線吸収分光(XAFS)測定も可能です。MAX80は、DIA型のキュービックアンビル型高圧発生装置で、その名前はMulti-Anvil X-ray system designed in 1980に由来しています。最近では、アンビル交換が容易であることから、キュービックアンビル型装置の1段目アンビルの内側に、小型の6つの2段目アンビルとアンビルガイドからなる組立集合体を設置して加圧する方式(6-6式加圧方式)が主流となっています。エネルギー分散法では、圧力や試料状態の同定を短時間に行うことが可能であるため、高温高圧下における試料のその場観察が可能です。AR-NE5Cでは、物質・材料科学および地球惑星科学分野の高温高圧実験が行われています。温度圧力相図や状態方程式の決定、相転移現象や試料合成過程のその場観察実験のための白色X線を用いた粉末X線回折実験が主ですが、X線回折・XAFSによる液体やガラスの局所構造の研究も行われています。

### AR-NE7A

NE7Aステーションは2009年夏に建設され、700 tonマルチアンビル型高圧装置(MAX-III)をBL-14Cから移設して実験ハッチ下流側に設置し、その年の秋からユーザー利用を開始しました。実験ハッチ上流側ではX線イメージングに関する研究が行われています。2016年からはMAX-IIIがユーザーグループ運営装置となり、利用者の拡大を図りながら特色ある研究活動を進めてきました。UG運営装置として二期目の活動を今年度から開始しています。その間、ユーザーによる装置の高度化が断続的に進められ、現在ではMAX-IIIに3種類のガイドブロック(DIA型、D-DIA型、D-111型)を組み合わせ、白色および単色X線を利用した高圧その場観察実験が可能となっています。

す。このような多様なマルチアンビル型高压装置が利用できるビームラインは世界でも NE7A だけの特色です。現在 12 件の共同利用実験課題が遂行されており、高压地球科学を中心に、高温高压下での物質科学研究が精力的に行われています。

以前は MAX-III に DIA- 型ガイドブロックを装着し、白色 X 線とエネルギー分散法による X 線回折測定を組み合わせ、高压下で地球マントル物質の相平衡や状態方程式に関する研究が行われていました。近年はそれに加え、D-DIA 型および D-111 型ガイドブロックをいち早く導入し、50-60 keV の高エネルギー単色 X 線による二次元 X 線回折やラジオグラフィと組み合わせ、高温高压下で定量的な変形実験を行えるステーションとして発展してきました。特に新学術領域の計画研究により開発導入された D-111 型ガイドブロックによる変形実験が本ステーションの最大の特色であり、2017 年度から本格的な運用が開始されています。これにより NE7A は地球下部マントル領域に相当する圧力 30 GPa までの変形実験を行うことができる世界唯一のステーションとなっており、海外研究者による実験課題もスタートしています。これらの高度化により、いまだ謎の多いマントル対流やプレートテクトニクスを支配する深部岩石の流動特性を直接的に実験研究することが可能になりました。その他にも高压下でのメルトの物性や構造変化、弾性波速度測定など特色ある研究が活発に行われています。

#### PF BL-18C

BL-18C では、小型の高压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ます。主として単色 X 線とイメージングプレート (IP) を利用した室温高压条件下での粉末 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、結晶構造解析、高压下での相転移の観察などが行われています。また、本ビームラインにはユーザーの外部資金によって導入されたクライオスタットも装備されており、低温高压条件下での X 線回折測定も可能です。さらに最近では高压条件下での小角散乱測定も行われています。

### 令和元年度第 1 回 PF-UA 幹事会議事録

日時：令和元年 9 月 24 日 13:00 - 15:00

場所：KEK つくばキャンパス セミナーホール

出席者：[幹事会] 清水敏之 (会長)、植草秀裕 (庶務)、田中信忠 (会計)、伏信進矢、北島昌史 (行事)、阿部善也、沼子千弥 (推薦・選挙管理)、船守展正 (施設長)

・会長挨拶 (清水 会長)・議事次第紹介 (植草 庶務幹事)

#### 【報告事項】

- ・行事報告 (北島、伏信 行事幹事)
- ・広報報告 (植草 庶務幹事 (山本 広報幹事代理))

- ・会計報告 (田中 会計幹事)
- ・施設報告 (船守 施設長)

#### 【協議事項】 (植草 庶務幹事)

- ・次期会長選挙について
- ・PF-UA による研究会等活動支援について
- ・UG 継続申請の審査方法について
- ・幹事会、運営委員会内規について
- ・その他

### 令和元年度第 1 回 PF-UA 運営委員会議事録

日時：令和元年 9 月 24 日 15:00 - 17:00

場所：KEK つくばキャンパス セミナーホール

出席者：[幹事] 清水敏之 (会長)、植草秀裕 (庶務)、田中信忠 (会計)、伏信進矢、北島昌史 (行事)、阿部善也、沼子千弥 (推薦・選挙管理)、[運営委員] 一國伸之、奥部真樹、腰原伸也、佐々木聡、佐藤友子、志村考功、手塚泰久、横谷明德、足立伸一、雨宮健太、船守展正

- ・会長挨拶 (清水 会長)・議事次第紹介 (植草 庶務幹事)

#### 【報告事項】

- ・行事報告 (北島、伏信 行事幹事)  
量子ビームサイエンスフェスタ (QBSF)、JSR における PF-UA の集いについて日程等を報告した。QBSF は 2020 年 3 月 12 日 (木) ~ 14 日 (土)、ザ・ヒロサワ・シティ会館 (水戸) (旧・茨城県立県民文化センター) で開催される。すでにホームページが開設されている。JSR における PF-UA の集いは 2020 年 1 月 12 日 (日) ウィンクあいちで開催される
- ・広報報告 (植草 庶務幹事 (山本 広報幹事代理))  
PF-UA だより (PF ニュース) に連載している UG 紹介の進行について報告した。
- ・会計報告 (田中 会計幹事)  
平成 30 年度会計最終報告、令和元年度予算案について報告した。平成 30 年度会計最終報告を承認した。
- ・施設報告 (船守 施設長)  
PF 新体制発足記念講演会の内容をもとに、PF 高度化、R&D ビームライン、10 年先を見据えた長期計画を説明した。2019 年度運転予定、2020 年度概算要求、PF-PAC での今後の検討事項について説明した。

#### 【協議事項】 (植草 庶務幹事)

- ・次期会長選挙について  
阿部、沼子 推薦・選挙管理幹事より、次期会長選候補の推薦が要請された。選挙日程が提案され了承した。
- ・PF-UA による研究会等活動支援について  
PF-UA、UG が主催する研究会等、および PF 研究会を後援し資金支援を行うことに関する内規を協議した。支援申請のあった PF 研究会への支援を承認した。

- UG 継続申請の審査方法について  
UG 継続申請を共同利用小委員会で検討し、運営委員会の協議を経て承認するという申し合わせを確認した。
- 幹事会、運営委員会内規について  
幹事会、運営委員会の成立、審議、議決に関する内規を協議した。メール審議に関する内規を協議した。
- その他
  - ユーザー登録者以外の関係者への入会勧誘、会則・細則の英語化、ホームページのアップデートについて協議し、いずれも推進することを決めた。
  - JSR における幹事会、運営委員会の開催について協議し、10月31日までにJSR組織委員会に開催の有無を連絡することとした。

## PF-UA の集い 開催のご案内

PF-UA の集いを、JSR2020（第33回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム）の一部として、以下のとおり開催する予定です。皆様の多数のご参加をお待ちしております。

**日時：**2020年1月12日（日）12:00～13:00

**場所：**愛知県産業労働センター（ウインクあいち）  
大会議室 901

**アクセス：**名古屋駅徒歩5分

JSR2020 につきまして、詳細は以下の URL をご覧ください。

<http://www.jssrr.jp/jsr2020/>

### XAFS ユーザーグループ活動紹介

名古屋大学 田淵雅夫

XAFS ユーザーグループはユーザー間で情報交換や、PF と PF の XAFS ユーザーの間の情報伝達・意見交換を行うことを主たる目的として活動してきました。この原稿を書くために改めて思い出しますと、私が代表を務めさせていただくようになったのは 2005 年のことだったと思いますので、私の代になってからでも既に 15 年近く、その前を考えるとかなりの長期に渡って存在しているグループだということになります (PF の年齢が 35 年を超えるので当然かもしれませんが)。そこで XAFS ユーザーグループあるいはユーザーの立場から見た PF の動きを少し振り返ってみたいと思います。

私が代表になった後しばらくは PF の次期光源計画として想定されていた ERL にどのような性能を求めるかが、あるいは更にさかのぼると ERL を選ぶこと自体が大きな議論の対象になっていて、PF とユーザーの間で盛んに意見の交換があった時期でした。XAFS ユーザーグループとしても何度もユーザーに意見を求め、議論をして PF に伝えることを繰り返しました。その後、当時の呼ばれ方で東北放射光源の計画が浮上すると同時に PF の主計画が ERL からストレージリングに代わり、そこでもまたユーザーの新光源に対する要望と、新光源で期待されるサイエンスをまとめることで PF の計画を支援し、ユーザーにとって最大の利益が得られるよう活動を行いました。

現在は、そうした時期に比べるとひと段落していて、ユーザーの皆さんから頂くご意見も少なくなっています。そのためユーザーグループの活動としても、年度末の PF シンポジウム (量子ビームサイエンスフェスタ) に合わせたユーザーグループミーティング開催が主になっています。しかし実際には状況が落ち着いたわけではなく、ビームタイムが漸減を続けていることにどの様に対応するかを考えること、ユーザーグループとして、中期的にはオールジャパンの放射光施設の中で PF がどのような役割を果たして欲しいかの要望をまとめること、さらに長期的には PF の次期放射光施設計画に対して要望を具体化し議論を深めて行く必要があると考えています。

本号で報告させていただいた PF 研究会「XAFS・X線顕微鏡分光分析分野での IMSS, PF 戦略的利用に関する研究会」は、そのような議論をする場の一つと考えて、XAFS ユーザーグループと X線顕微分光ユーザーグループの共同開催で企画させていただきました。

会の詳細については研究会報告の記事に譲りますが、同会で議論したかった内容に関しては、XAFS および X線顕微分光ユーザーグループだけでなく、PF-UA 全体として今後も継続的に議論していくべき事柄だと思いますので、一

部重複することになりますが、ここにも記載したいと思います。

近年では XAFS 測定も、微小領域の測定、高い時間分解能を持った測定、2次元・3次元の空間分解能を持った測定が行われるようになりました。また、複数の計測手法による同時計測の試みも頻繁に行われるようになってきています。学術応用の観点で見ると幅広い学術分野の研究手段として利用されるようになってきました。その結果、ある研究を遂行するのに、例えば XAFS 測定なら XAFS 測定だけを主な手段として展開されることは少なくなり、実験技術の面で考えても複数の計測手法を駆使して総合的に議論されることが増えてきました。この様に放射光を利用した計測が発展する一方で PF の状況の面では上に述べたように、予算が削減されビームタイムが漸減傾向にあるのは事実で、これにどの様に対応するのも考える必要があります。

この様なことを背景に、研究会でのご講演やご発表は、放射光を道具として使いこなし大きな枠組みで展開される先端的なご研究の紹介と、放射光計測技術の高度化の話題を柱にし、近年どの分野の話をする時でも無視することができないデータサイエンスやデータ収集の高度化の話題も加えた構成とさせて頂きました。

議論のパートでは、1) PF に複数ある XAFS 測定ビームラインの役割分担が適切かどうか、変えるとするならどの様になるべきか、2) PF のビームタイムが減っている現状の中で、ビームタイムの配分方針に関して提案できることがあるか、3) PF のビームタイム減少を止め増大に転じるためにはより多くの新しい研究成果を挙げてくことが求められるが、これに対してユーザーコミュニティとしては何を考えていくべきか、という 3 点を柱に皆様からのご意見を頂き、議論を深めるように努めました。

もとよりここでの議論で結論が出るものではなく、今後継続的に続けるべき議論の皮切りととらえていますが、主だった意見を幾つか紹介したいと思います。1) に関しては複数手法同時計測等最先端を目指した特化ビームラインはもちろん必要だが、すべてのビームラインが何かの目的に特化するのとは好ましくなく一定数は汎用的なビームラインであり続けるべきという議論がありました。2) に関しては、判断基準として PAC 評点を使うとして、高評点の課題に集中するべきか、採択されている限り低評点の課題にも最低限のビームタイム配分を考えるべきかが最も大きな話題でした。私が受けた印象としては、教育が目標の一つの組織で、制度として 2 年有効な課題採択を行う限り (それが、学生の研究課題と対応する可能性が高いことを考慮して) 一定の配分は確保すべきという雰囲気が強かった気がします。採択された課題が 2 年間有効になるのは PF の大きな特色の一つだと思いますが、一部 PF の制度をあまりご存じでない方からは「採択されたのに実験できない課



題があるのは理解できない」という声も多く聞きました。3)に関しては、何かを考えていくことが必要という意識は参加者共通の認識としてあるものの具体的な提案がある状況ではありませんでした。

XAFS ユーザーグループとしては、今後も機会を捉えてこのような議論を継続し、随時 PF 側に伝えて行くことや、PF を支援することを続けたいと考えています。今後とも皆様のご協力を頂きますよう宜しくお願い致します。

## X線顕微分光分析ユーザーグループ紹介

東京大学 大学院理学系研究科 地球惑星科学専攻  
高橋嘉夫

### はじめに

X線顕微分光分析ユーザーグループは、以前の「マイクロビームX線分析応用グループ」を改称したもので、X線顕微鏡を用いた多様な分析を展開する研究者の集まりである。X線顕微鏡には様々なタイプがあり、例えば、試料を走査して像（信号）を得る走査型と位置敏感な検出器を用いて短時間に像を得る結像型があるほか、透過X線を用いるか蛍光X線を用いるかや、より先端的手法では、X線の吸収率の差では判別できないものを位相コントラストで検出する手法があるなど、非常に多様化している。一般にX線顕微鏡は、電子顕微鏡に比べて空間分解能では劣るが、(i) 大気中で実験可能（硬X線の場合）、(ii) エネルギーを変えてX線吸収スペクトルを得ることで元素の化学種・化学状態の解析が可能、(iii) X線の透過力が強いことを利用

して3次元像の取得が可能（CT法）、などの利点があり、様々な応用が進んでいる。これらの実験の多くでは、エネルギー可変で大強度のX線が必要なこともあり、放射光の利用を前提としたX線顕微鏡が多い。逆に言えば、世界の殆どの放射光施設において、何らかのX線顕微鏡が運用されていると言えるだろう。

### PFでのX線顕微鏡の展開

Photon Factoryでも、様々なタイプのX線顕微鏡が開発され、多くのユーザーが利用を進められており、代表的なものを表1にまとめておく。これらは、空間的にマルチスケールで利用するエネルギーも多様であり、試料によって適切に使分けられることで様々な情報を得ることが出来る。近年特に、アンジュレータを備えた新BL-15AでのマイクロXRF-XAFS-XRD法、PFでは最も新しいBL-19Aでの走査型透過X線顕微鏡（Scanning Transmission X-ray Microscopy (STXM)）、PF-ARのNW2AへのXAFS-CT装置の導入など、新たな手法の導入が進んでいる。

### ユーザー運営ビームラインBL-4Aの運用

これらの手法のうち、これまでの経緯もあり、本UGメンバーの主要な研究として、蛍光X線分析（XRF）を中心とする分析手法の開発と応用が挙げられ、その重要な発展の方向性が微小領域分析であった。長年、国内におけるこうしたマイクロXRF-XAFS利用の要請に応じてきたビームラインがBL-4Aであり、本UGは主にBL-4Aの利用者で構成されてきた。BL-4Aは、飯田厚夫先生（現協力研究員）が開発されたビームラインで、2014年3月の飯田先生のご退職に伴いユーザー運営ビームラインとなり、本

表1. Photon Factoryで稼働している主なX線顕微鏡

ビームライン	X線顕微鏡の種類	エネルギー範囲 (keV)	空間分解能 H-V (μm)	特徴
PF BL-4A	μ-XRF-XAFS法 (K-Bミラー)	6-15	5 × 4	ユーザー運営ビームライン。検出器はSDD使用。シンプルな構成で操作性が高い。現在、各年度I期はK-Bミラーモード、II期とIII期は両方のモードを利用可能。
	μ-XRF-XAFS法 (ポリキャピラリー)	6-17	30 × 30	
PF BL-14B, C	位相コントラストイメージング法	8-80	大型試料対象 40 × 40 mm <sup>2</sup>	吸収コントラスト法に比べて、(i) H, C, Oなどの軽元素で構成される低密度な物質に対しても高い密度分解能で測定可能、(ii) 高エネルギー領域のX線により高感度、などの特徴を持つ。
PF BL-15A1	μ-XRF-XAFS-XRD (K-Bミラー)	2.1-15	20 × 20	同一視野でのXANES/XRF/XRD複合分析が可能。2-4 keV領域でのマイクロXAFSを測定可。
PF BL-19A	走査型透過X線顕微鏡 (STXM)	0.1-2.0	0.03 × 0.03	炭素などの軽元素の官能基マッピングや鉄などの元素の価数別のマッピングが可能。併設のBL-19Bにおいて、バルク試料の標準試料の測定が可能。
PF-AR NW2A	XAFS-CT	5-11	0.01 × 0.01	Zoneplateによる結像光学系を備えた高空間分解能のCT法が利用でき、エネルギーを変えて、化学種の3次元マッピングが可能。位相コントラスト測定も可。

UGメンバーがその運営に当たっている。これまで、第1期(2014-2016年度)および第2期(2017-2019年度)の6年間、BL-4Aはユーザー運営ビームラインとして利用され、さらにこの運営は第3期(2020-2022年度)も継続される見込みである。BL-4Aが長期間に亘って利用希望がある要因として、マイクロXRF-XAFS分析の高いニーズに加え、BL-4Aがシンプルな構成であるため、トラブルが少なく、初心者でも比較的容易に利用できることが挙げられる。BL-4Aは、分光器としては二結晶分光器を備え、利用可能なX線マイクロビームとしては、楕円ミラーを用いたKirkpatrick-Baez(K-B)型集光光学系マイクロビーム(5 $\mu$ m角)とPoly-capillaryセミマイクロビーム(30-40 $\mu$ m角)があり、前者は微小領域のマイクロXRF-XAFS分析に、後者は高強度のX線が必要なセミマイクロXRF-XAFS分析に利用されている。これらの手法を利用した研究内容は極めて多岐に渡っており、新しい分析法の開発に加えて、環境物質、地球惑星物質、生体試料、機能性材料、考古試料などの局所の濃度分析および状態分析に幅広く利用されている。このようにBL-4Aは依然として多くのアクティビティがあり、その運用において殆どトラブルはないが、稀に起きる重故障時には飯田先生のご協力が必要なこともあり、円滑な運営のためにはユーザーの皆様のご協力が不可欠となっている。是非、適切な運用をお進め頂き、多くの成果を挙げて頂ければ幸いである。BL-4A利用希望の方は、高橋(ytakaha@eps.s.u-tokyo.ac.jp)までご連絡頂きたい。

### UGの活性化の必要性

一方、既に述べたように、X線顕微鏡を用いた実験は、世界の放射光でルーチン的に行われており、関連分野の研究者は、表1に示されたような多様な手法を複合的に利用することで、世界に対抗する成果を生み出していく必要がある。走査型のX線顕微鏡に限っても、既に世界の潮流は「マイクロビーム」から「ナノビーム」に移ってきており、これを適切に使いこなすことが、今後の新技術の開発においても重要となる。そのため関連研究者は、PFの研究者と連携して自分の専門分野においてこれら手法の長所を生かした利用を進めていくことが重要であろう。実際、放射光を利用した様々な分析法が多くの分野で必要不可欠となった現状では、「先端的な研究手法開発」と「応用研究」が融合されてこそ、レベルの高い研究が実現される。またこれらの研究においては、適切な試料調製や測定すべき視野の選定などの技術的要因の重要性が益々高くなってきており、こうした点での手法開発や情報交換も活発に行う必要がある。是非、関連研究者が知恵を出し合って、先端的手法の開発と応用にトライし、独りよがりではなく他分野に訴える力のある研究を進めていくべきだろう。これらのことから、PFの施設研究者と利用研究者、利用研究者間のコミュニケーションを活発化させることは極めて重要であり、UGの枠組みがその一助となれば幸いである。

### まとめ

このようにX線顕微鏡は放射光の特性を活かした手法で、世界の放射光施設には必ずX線顕微鏡が利用できるビームラインがあり、しのぎを削っている。またこれらの手法は、先端材料や環境・資源試料などの「持続可能な社会の確立に必須な分野」と、はやぶさ2がもたらす小惑星試料や生物試料などの「人類の夢を担う分野」の両方の発展に貢献でき、21世紀においても多くのニーズが見込まれる。このようなX線顕微鏡の技術を継承し、その利用研究をさらに発展させるためにも、PFと我々ユーザーは協力して、活発な研究発信、若手人材の育成、新たな分野の開拓などに積極的に取り組んでいく必要がある。

## 令和元年度PF-UAの集い 報告

日時：令和2年1月12日12:00～13:00

場所：ウインクあいち(名古屋市)大会議室901

- ・清水会長挨拶に続き、植草庶務幹事が進行役を務めた。
- ・船守実験施設長より、施設からのご挨拶と御礼に続き、2020年度予算、将来計画、およびPAC検討事項について施設報告があった。量子ビーム連携研究センター設立については、雨宮研究主幹より報告があった。
- ・伏信行事幹事より、量子ビームサイエンスフェスタ開催について、行事小委員会報告があった。積極的な参加と発表、登録をお願いしたい。
- ・植草庶務幹事より、PF-UAだよりでのUG紹介について、広報小委員会(編集)活動の報告があった。続いて、次期会長選挙の進行について、推薦・選挙管理小委員会活動の報告があった。
- ・植草庶務幹事より、今年度のこれまでのPF-UAの活動について、研究会活動支援、内規制定、会員勧誘、PF-UAの英語対応についての報告があった。
- ・参加者約40名であり活発な質疑応答があった。