

# 研究会等の報告／予定

## 第 22 回 P F シンポジウムのお知らせ

PF シンポジウム実行委員長 岩住俊明 (KEK・PF)

第 22 回 PF シンポジウムを 3 月 17 日 (木), 18 日 (金) に開催致します。年度末でご多忙の方も多いかと思いますが、是非積極的にご参加下さい。

今回のシンポジウムでは、現在進行中の直線部増強後の整備計画と、より長期的な視野に立った将来計画に関する特別セッションを設けました。どちらも皆様の今後の研究の発展と直結する話題となりますので、情報交換や議論の場としてご活用下さい。

主催：高エネルギー加速器研究機構・  
物質構造科学研究所・放射光科学研究施設、  
PF 懇談会

会期：2005 年 3 月 17 日 (木) ～ 18 日 (金)

場所：高エネルギー加速器研究機構  
国際交流センター交流ラウンジ 1・2

### プログラム：

3 月 17 日

9:00 受付開始

9:30 施設報告

副所長，放射光科学第一・第二研究系，放射光源，  
構造生物学研究センター，BL-14，BL-28・・・

10:45 休憩

11:00 招待講演

仁田亮 (東大)：

「分子モーター「キネシン」の動作機構の構造的基盤」

赤間浩之 (東海大)：

「薬剤排出ポンプのコンポーネント MexA の結晶構造解析とその意義」(仮題)

12:00 昼食

13:00 将来計画 (副所長・3 主幹)

15:00 休憩

15:15 招待講演

足立純一 (PF)：

「気相分子の内殻光電離ダイナミクスの研究」

松井文彦 (奈良先端大)：

「二次元光電子分光による荷電子帯立体分散図と原子軌道解析」(仮題)

16:15 休憩

16:30 ポスターセッション

S 課題研究発表，U 課題研究発表，ユーザーグループ研究発表，光源・将来計画，新ビームライン

報告，その他

18:00 休憩

18:30 懇親会「くらんべりい」

3 月 18 日

9:00 PF 懇談会総会

9:30 PF の運営について (座長：雨宮 PF 懇談会会長)

10:30 休憩

10:45 招待講演

有馬孝尚 (東北大)：

「X 線方向二色性：硬 X 線領域の電気磁気効果」

服部高典 (慶大)：

「四配位共有結合物質の液体の圧力誘起構造変化」

11:45 昼食

12:45 直線部増強後の整備計画

(光源開発／放射光源研究系主幹)

14:15 休憩

14:30 直線部増強後の整備計画

(ビームライン／放射光科学研究系 2 主幹)

16:00 閉会

### 参加申し込み方法：

PF シンポジウムホームページ (<http://pfwww.kek.jp/pf-sympo/22/>) の参加申込フォームにてお申し込み下さい。宿泊及び旅費希望の方もこちらのフォームで受付ますので、お早めをお願い致します。

### 参加費：

500 円 (PF 懇談会会員の方は無料です。)

### 懇親会：

KEK 内レストラン「くらんべりい」

実行委員 (敬称略)

足立伸一 (PF)，◎岩住俊明 (PF)，岩野薫 (PF)，

加藤博雄 (弘前大)，近藤寛 (東大)，○佐藤衛 (横浜市大)，

竹村謙一 (物材機構)，張小威 (PF)，原田健太郎 (PF)，

松垣直宏 (PF)，若林裕助 (PF)

(◎委員長，○副委員長)

### 問い合わせ先：

岩住俊明

(高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所)

〒 305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

TEL: 029-864-5596 FAX: 029-864-2801

E-mail: toshiaki.iwazumi@kek.jp

## PF 研究会 「X線位相利用計測における最近の展開 II」 のお知らせ

東京大学大学院新領域創成科学研究科 百生 敦  
物質科学第二研究系 平野馨一

標記の研究会を下記のとおり開催いたしますので、ご案内申し上げます。

開催日：平成 17 年 5 月 12 日（木）、13 日（金）  
場 所：高エネルギー加速器研究機構、  
4 号館セミナーホール

趣 旨：X線源の発展に伴い、X線位相利用計測は益々その重要性を増し、次世代X線源の計画にも重要な影響を与える分野になってきております。平成 14 年秋に開催した PF 研究会に続く第二回目を開催し、益々裾野が広がっている当該分野の最新の情報交換と、将来に向けた活発な議論の場を提供します。

連絡先：百生 敦（東大・新領域）  
E-mail: momose@exp.t.u-tokyo.ac.jp  
平野馨一（物構研）  
E-mail: keiichi.hirano@kek.jp  
その他：参加方法やプログラムなどの詳細は逐次下記ホームページに掲載いたします。  
[http:// pfwww.kek.jp/pf-seminar/phase2.html](http://pfwww.kek.jp/pf-seminar/phase2.html)

## PF 研究会 「アンジュレータ放射光による固体物性研究 の展望」のお知らせ

東京大学大学院新領域創成科学研究科 藤森 淳  
物質科学第一研究系 小野寛太

標記の研究会を下記のとおり開催いたしますので、ご案内申し上げます。

開催日：平成 17 年 4 月 12 日（火）、13 日（水）  
場 所：高エネルギー加速器研究機構  
趣 旨：平成 17 年度に行われる PF リングの直線部増強は、それに続く挿入光源、ビームライン、測定装置の高度化によってその真価が発揮される。本研究会は、増強後の PF リングのアンジュレータ光を用いて行われる固体物性研究の進めべき方向を探り、それに必要な挿入光源とビームラインの性能・仕様について、ユーザーと施設のスタッフを交えて議論することを目的とする。現在 PF で進行中あるいは計画中のビームライン・測定装置の高度化の報告と、ユーザーからの利用計画の提案が行われ、それらに基づいて議論が行われる。SPring-8 の軟 X 線、HiSOR、分子研の

極紫外光に対して、PF の軟 X 線・極紫外光の特徴を生かした研究とは何かを探る。また、高度化後の PF での研究を、将来の第 3 世代極紫外・軟 X 線光源を用いた研究にどう発展させていくかについても議論を行う。

連絡先：藤森 淳（東大・新領域）  
E-mail: fujimori@phys.s.u-tokyo.ac.jp  
小野寛太（物構研）  
E-mail: kanta.ono@kek.jp

その他：参加方法やプログラムなどの詳細は逐次下記ホームページに掲載いたします。  
[http:// pfwww.kek.jp/pf-seminar/undulator.html](http://pfwww.kek.jp/pf-seminar/undulator.html)

## 物構研研究会 「第 3 回粉末回折法討論会：粉末法だからできること／The 3rd Symposium on Powder Diffraction Method – New Aspects Achieved by Powder Method –」報告

名古屋工業大学 井田 隆

2004 年 12 月 1, 2 日に KEK 4 号館セミナーホールで「第 3 回粉末回折法討論会：粉末回折法だからできること」が開催されました。「第 1 回粉末回折法討論会：放射光粉末回折の最前線」（1997 年 12 月）は PF 研究会として開催されましたが、「第 2 回粉末回折法討論会：近年における方法論の発展」（2001 年 5 月）からは、軌道放射光と中性子線、実験室 X 線源を利用する広範囲な分野まで含めて物構研研究会として開催されています。

今回の研究会の参加者は 60 名でした。前回から参加者数は若干減少したのですが、その分濃密な議論を行うことができた面もあり、討論会としては意義が深いものになったと思います。

今回のプログラムでは下記の通り 24 件の研究発表がありましたが、主に軌道放射光を利用した研究が 11 件、中性子利用が 9 件、実験室 X 線源利用が 4 件でした。異なる線源の利用は競合するというよりもむしろ相補的な関係にあり、放射光を利用した粉末回折研究をどのように位置づけるかについて参考になる面が多くありました。

12 月 1 日（水曜）  
坂田 誠（名大）「放射光粉末回折法による金属内包フラーレンの構造決定」  
井田 隆（名工大）「多連装型粉末回折計による回折強度データの解析」  
石澤伸夫（名工大）「X線回折と MD からみた LiMn スピネルの構造の乱れと Li 拡散機構」  
米村雅雄（KEK）「リチウム二次電池材料の構造解析」  
野村勝裕（産総研）・八島正知（東工大）「高温中性子回折法によるペロブスカイト型酸化物イオン伝導体のイオン伝



講演に聞き入る参加者

## 導経路の研究」

宮崎 讓 (東北大) 「粉末中性子回折による酸化物複合結晶の構造解析」

神山 崇 (KEK) 「J-PARC の物質・生命実験施設計画について」

大友季哉 (KEK) 「J-PARC 物質生命科学施設における計算環境設計・開発」

真庭 豊 (都立大) 「カーボンナノチューブのX線回折実験」

中村智樹 (九州大学) 「ガンドルフィーカメラによる宇宙塵のX線回折実験」

12月2日 (木曜)

姫田章宏 (リガク) 「ロッキングカーブによる多結晶薄膜中の配向度の定量的解析」

友田 陽 (茨城大) 「パーライト鋼の強伸線加工によるナノ組織化と超高強度発現の中性子回折による検討」

石垣 徹 (室蘭工大) 「J-PARC の粉末回折装置群について」

石井慶信 (原研) 「原研・高分解能中性子粉末回折装置を用いた最近の研究」

八島正知 (東工大) 「高温粉末回折法の開発と精密構造物性」

泉富士夫 (物材機構) 「粉末回折における三次元可視化技術」

池田卓史 (産総研) 「層状珪酸塩から作る新規ゼオライト CDS-1 の特性X線粉末回折による未知構造解析」

黒岩芳弘 (岡山大) 「cubic 相の結晶構造から予想するペロブスカイト型誘電体の相転移」

加藤健一・高田昌樹 (JASRI) 「光励起下放射光粉末法による構造ダイナミクスの解明」

石橋広記 (大阪府大) 「高分解能放射光粉末回折によるスピネル型化合物の構造相転移の研究」

久保田佳基 (大阪女子大) 「In-situ 放射光粉末回折法による吸着ガス分子の構造解析」

岸 證 (リガク) 「XRD と DSC 同時測定装置で反応過程を追う」

三浦圭子 (JASRI) 「医薬品関連の粉末X線回折—その放射光利用例について」

田村 類 (京大) 「実空間法 (モンテカルロ法) を用いる有機化合物微粉末結晶の構造解析」

粉末回折法は材料分野では広く普及している方法であり、今回の討論会でも実用材料を強く意識した物性研究への応用が多く報告されました。また、医薬品など低分子量有機化合物の結晶については、結晶多形を同定あるいは定性・定量分析するために粉末法を適用することが必須となってきており、方法論の進歩による経済的な波及効果が極めて大きいことが指摘されました。

解析技術に関しては、Rietveld 法による結晶構造精密化からさらに進んで、最大エントロピー (MEM) 法を用いて粉末回折データから電子密度や中性子散乱能の空間分布を推定する技術もかなり普及してきたようです。具体的な適用法の妥当性については議論が残されているようですが、特に SPring-8 の高い輝度と Debye-Scherrer カメラを用いた高効率なデータ収集を活かして一連の物質群の電子密度分布を系統的に調査した結果には説得力がありました。

実験室X線源を用いた集中法光学系については、アレイ型半導体検出器や位置敏感型検出器 (PSD) を用いてデータ収集を効率化しうることが以前から予想されていましたが、最近ではかなり実用的な段階まで進んできているようです。実験室で伝統的に用いられてきた受光スリットとシンチレーション検出器の組み合わせによる強度測定と比較して、アレイ型半導体検出器を用いると実質的に 100 倍以上の感度が実現されることを示す結果が発表されました。まだ位置分解能を持った検出器はやや高価であり、分解能や確度の面では若干の課題が残されているように感じましたが、今後は確かに極めて有望な技術であると思われます。

中性子線利用に関しては、2008 年度から運転予定の J-PARC 計画が進展していることもあって、関連する詳しい情報も提供されました。新しい中性子線源の高い強度を活かした高効率データ収集を指向した汎用の測定システムと、より高い分解能を目指した高精度な測定システムとに分けて、企画から体制づくり、装置の設計や建設にいたるまでの経過について説明されました。特にデータ処理や測定制御に関するソフトウェアの整備まで含めて詳しい検討がされており、関係者の皆さんが実用的な共同利用システムを完成するために強い意欲をもって取り組まれていることが印象的でした。

粉末回折法は非常に広い分野で応用されているのですが、特に方法論に関する研究については PF の粉末回折ユーザーが日本では中心的な役割を担っています。この討論会は粉末回折法の方法論をテーマとした討論会としては日本では唯一のものであり、さらに開催を継続していくことの必要性が強く感じられました。また PF の放射光を利用した粉末回折研究をどのように発展させるか、他の施設とどのように連携していくか、さらに PF としてどのように独自性を打ち出していくかが緊急に検討を要する課題となってきているように思います。

最後に、本研究会開催にあたって多大なご協力をいただきました物質構造科学研究所、PF 事務室、KENS 事務室の皆様へ感謝の意を記します。

第3回粉末回折法討論会実行委員会：

石橋広記 (大阪府大), ○井田 隆 (名工大), 植草秀裕 (東工大), 神山 崇 (KEK-KENS), ○田中雅彦 (PF/2004年12月より物質材料研究機構), 八島正知 (東工大) (○世話人)

## PF 研究会 「マイクロビーム細胞照射装置を用いた低線量放射線影響研究に関するワークショップ」 の報告

総合研究大学院大学物質構造科学専攻 前田 宗利  
放射光科学第一研究系 小林克己

2004年12月20～21日の2日間に亘り、上記の研究会が高エネルギー加速器研究機構4号館セミナーホールにおいて開催されました。本研究会は、2002年3月に開催された「マイクロビーム細胞照射装置の開発に関するワークショップ」に引き続き2回目の研究会であり、PFの放射光X線マイクロビーム細胞照射装置の完成に伴いより実践的な研究会となりました。

放射線生物学では、「放射線による生物応答は、DNAの放射線損傷とその修復の結果として発現する。」と考えられてきました。しかしながら、近年の研究からバースタンド効果(放射線に直接曝露されない細胞にも放射線の影響が現れる)などの、この考え方だけでは説明のできない現象が低線量領域で生ずることが明らかとなりました。細胞集団に対して照射を行う従来の実験手法では、放射線量が低くなると、放射線に照射される細胞と照射されない細胞が混在する状況が生じます。従来は、照射された細胞にのみ放射線の生物影響が発現すると考えられていましたが、放射線に照射されない細胞においても各種の生物影響が発現することから、低線量領域における生物の放射線応答は、照射された細胞の個々の放射線応答と、照射された細胞から周辺の細胞に対する情報伝達の結果により照射されていない細胞に現れる応答の和と考えられます。低線量領域における生物の放射線応答のメカニズムの解明には、個別に認識された単一細胞についての放射線応答の研究が必要不可欠であり、マイクロビーム照射装置を用いることで単一細胞への照射効果の研究が可能となります。

現在国内では、PFの放射光X線マイクロビーム細胞照射装置以外に日本原子力研究所高崎研究所の粒子線マイクロビーム照射装置(TIARA)が稼動しています。また、放射線医学総合研究所の重粒子マイクロビーム照射装置(SPICE)および長崎大学のマイクロビーム装置がまもなく稼動する見込みです。さらに、京都大学でも重イオンマイクロビーム照射装置の開発が行われています。本研究会は、これらの各研究施設において低線量放射線の影響研究を行う研究者がそれぞれのデータを持ち寄り、研究に関する討論を行うと共に、マイクロビーム実験に共通する実験的ノウハウ等の情報交換を行い、より完成度の高い装置へ

の改良に役立てる目的で企画されました。研究会には、上記各研究機関以外からも多くの参加者があり、活発な討論が展開されました。

1日目の第1部では、国内のマイクロビーム施設の現状について、各施設の代表者に講演いただきました。小林(KEK・PF)による放射光単色X線マイクロビーム照射装置(KEK・PF)の現状についての講演に引き続き、今関等氏(放医研)からは放医研のSPICE計画の開発コンセプトおよび、経過と今後について、菓子野元郎氏(長崎大・薬)からは、長崎大学のマイクロビーム装置の現状と稼動予定について、中村正信氏(和歌山県立医大)からは、京都大学における重イオンマイクロビーム開発の現状について、それぞれ講演いただきました。第2部では、装置を用いた研究の現状についての講演が行われました。まず、宇佐美徳子氏(KEK・PF)に、X線マイクロビーム照射された細胞における $\gamma$ -H2AXの観察について講演いただきました。実験において検出されたバースタンド効果について活発な議論が行われました。引き続き、富田雅典氏(理研)による低線量放射線とDNA2本鎖切断修復たんぱく質の応答について講演いただきました。さらに、前田宗利氏(KEK・PF/GUAS)からは、X線マイクロビーム照射された細胞の生存率について、丹野悠司氏(ICU)からは、オーロラタンパク質を用いた放射線による細胞分裂障害の研究について、伊藤敦氏(東海大)からは、X線分析顕微鏡のマイクロビーム照射実験への適用について、菓子野元郎氏からは、Gray Labのマイクロビーム装置での成果(バースタンド効果)について、安井明氏(東北大・加齢研)からは、DNA損傷応答のin vivoでの解析について、それぞれお話しいただきました。講演終了後には、翌日のデモ実験に参加されない方々を対象とする現場見学会を行いました。その後の懇親会では、参加者間の意見交換が盛んに行われ、たいへんに盛況でした。

2日目には、まず、小林泰彦氏(原研・高崎研)に原研・高崎研の重イオンマイクロビームの現状について、古澤佳也氏(放医研)には、バースタンド効果の線量・LET依存性(PF/TIARAの実験から)について講演いただきました。

続く第3部として、将来の研究に関して多くの提案が行われました。坂下哲哉氏(原研・高崎研)からは、線虫の連合学習に対する放射線照射の影響とマイクロビームについて、谷田貝文夫氏(理研)からは、LOH解析から適応応答効果検出の可能性について、酒井一夫氏(電中研)からは、マイクロビーム照射装置を用いた研究への期待について発表いただきました。最後に、菓子野元郎氏よりGray Labの近況についてご報告いただきました。

総合討論では、細胞核照射、細胞質照射による生物効果の研究、バースタンド効果における情報伝達の関与とLET依存性に関する研究について、また、その指標となる種々の生物応答について、バースタンド効果と適応応答との関連性について、さらに、低線量と高線量では生物応答の発現が異なってくるのか等、活発な議論が展開されました。また、低線量領域での線量の評価方法をどのよう

に規定するのか等、現状の研究における問題点についても議論が行われました。将来計画については、次世代照射装置として、水平ビームを用いたエネルギー可変の放射光X線マイクロビーム照射装置開発への取り組みが紹介されました。討論終了後には、PFの放射光X線マイクロビーム細胞照射装置をもちいたデモンストレーションが行われ、参加者から多くのご質問、ご意見をいただきました。

年末の忙しい時期にもかかわらず、本研究会にご参加・ご協力いただいた多くの方々に感謝いたします。尚、本研究会の講演内容につきましては近々 KEK プロシーディングスとして出版される予定です。本研究会において、本研究会参加者を母体としてマイクロビーム研究会を立ち上げることが採択され、世話人には古澤佳也氏（放医研）が就かれることが決定いたしました。今後は、活発な活動に向けて mailing-list を整備するとのことですので、関心のある方は是非参加していただきたいと思えます。

## PF 研究会 「硬 X 線を用いたダイナミック構造解析の可能性」の報告

北海道大学触媒化学研究センター 朝倉清高

2004 年 12 月 24 日（金）～ 25 日（土）の 2 日間、PF 研究会「硬 X 線を用いたダイナミック構造解析の可能性」（世話人：朝倉清高・北海道大学触媒化学研究センター、松原英一郎・東北大学金属材料研究所、野村昌治・物質構造科学研究所放射光）が KEK 4 号館セミナーホールで開催されました。PF ユーザグループ XAFS グループのメンバー、X 線異常散乱グループのメンバーを中心に、40 名の方の参加がありました。この研究会は、NW10 に提案されている高エネルギー XAFS、Quick in-situ XAFS、そして X 線異常分散のためのビームライン建設に向けて、どういったサイエンスの展開が可能であるかを議論することを目的としました。プログラムは、文末に示すとおりです。ここでは、会議の様子について筆者の感想を交えて述べたいと思えます。

研究会の主題である高エネルギー X 線を用いたダイナミクス研究の一つの代表例である分散型時分割 XAFS 法で、精力的に研究を行っている岩澤康裕教授（東京大学）に基調講演をいただきました。自動車の排ガスからの脱硝触媒として最近重要になっている  $\text{CeO}_{2-x}$  を分散型 XAFS (DXAFS) で研究し、その反応中に出現する中間体を捉えることで、反応メカニズムを決定した研究を紹介され、DXAFS が触媒研究において重要な位置を占めることを述べられました。また、Ce K-edge は、NW10 のエネルギー範囲に入りますから、NW10 でよりエネルギー範囲の広い測定ができることで、さらに詳細な触媒構造がわかるものと期待されます。

Photon Factory News Vol. 22 No. 3 p29 でも述べましたが、



「In-situ 時分割 XAFS と触媒化学」について基調講演を行う岩澤康裕氏（東京大学）

NW10 の建設の引き金になったのは科学研究費 S16106010 「新規金属燐化物脱硫触媒の機能と構造解明」が採択されたことにあります。このプロジェクトにおいて、in-situ Quick XAFS 法による新規脱硫触媒の時間分解反応メカニズム解析することを提案しました。そこで、もう一つの基調講演として、この新規高性能脱硫触媒の開発者である S. Ted Oyama 教授（Virginia Polytechnic 大学）に、その触媒調製と機能についての詳細なお話をいただきました。従来は、CoMoS、NiMoS が石油中の脱硫触媒として用いられてきましたが、年々厳しくなる燃料油中の含硫黄分規制により、現在新規触媒の開発が求められています。S. Ted Oyama 教授らは、遷移金属リン化合物が高い活性で脱硫反応を促進することを見いだしました。中でも  $\text{Ni}_2\text{P}$  が高い活性を示し、従来型の脱硫触媒をしのぐ性能であることを発見されました。この触媒材料の発見により、安価で高性能な脱硫触媒が開発され、いわゆる安価なサルファーフリー燃料の実現につながると考えられています。さて、筆者は、この  $\text{Ni}_2\text{P}$  触媒の脱硫反応実条件下における構造を XAFS の in-situ 測定により測定しました。水素化脱硫反応は一般に高温高压の油存在下で行われますので、X 線透過用窓を冷やすことができませんから、窓材としてはダイヤモンドや Be などに限られてしまいます。これらは、高価であったり、化学的に不安定であったりします。そこで高純度 cBN という新素材を用いることで、反応条件下における触媒構造の解明を行うことができました。この結果、反応中は  $\text{Ni}_2\text{P}$  超微粒子構造であることが判明しました。さらに時間分解研究を展開し、反応中間体の構造を調べることが計画されています。

一方、NW10 の建設計画については、野村昌治教授（PF）が講演されました。PF-AR の高い臨界エネルギーの特長を生かし、2 結晶分光器と Pt コート湾曲円筒ミラーによる集光光学系をもちいて、8-40 keV の高エネルギーを供給するビームラインとなります。まず、機械駆動による Quick XAFS を実現し、1 スペクトル 10 s 程度を当面の目標とします。将来的にピエゾによる高速化を図るということです。また、触媒反応を実現するために必要な in-situ XAFS 用の周辺機材を集約することも考えられています。ただ、資金難から PF の BL-10B から必要な資源を転用し、コスト

削減に努めるということです。したがって、BL-10Bを先に閉鎖する必要があり、スケジュール的には、BL-10Bを2005年12月まで運転し、2006年1～3月にNW10を立ち上げるといふものであります。

そのQuick XAFSとin-situ XAFSの現状とNW10への提言が鈴木あかね博士(PF)と阪東恭子博士(産総研)からありました。鈴木あかね博士は、Quick XAFSの特長をDispersive XAFSと対比しながら、説明されました。Quick XAFSは、Dispersive XAFSに比べて、高エネルギー分解能、高品質、蛍光XAFSとの併用可能性などの特長を持つ一方、時間分解能に限界があります。また、触媒サンプルを時分割で測定する際には、ガス拡散、温度むら、温度遅れなどに神経質にならないといけないという指摘をされました。また、こうしたKnow-Howを情報交換する仕組みを構築する必要性を提案されました。阪東恭子博士は、化学的な規制が大学よりも厳しいPFにおいてin-situ XAFS特に、爆発物、有害物を安全に取り扱うため、何をどうすればよいかを紹介されました。PtPdを例にして、in-situ条件下とex-situ条件下でのXAFS測定がどれだけ異なるかという研究例を報告されました。NW10にこうしたin-situ XAFS用の資材が集約され、in-situ XAFSがより使いやすくなることは、化学反応追跡研究の大きな進展につながると期待されます。

さて、NW10において可能なサイエンスについて、大きく分けて以下の4つに分類し、discussionしました。

- (1) 時分割X線で何が期待されているか  
(光触媒を例にして)
- (2) 高エネルギー XAFS における研究は何があるか  
(ナノクラスター、Rh, Pd, Ag, La 触媒を例として)
- (3) NW10における異常分散 X 線の新たな展開  
(Pd ベースの金属ガラス)
- (4) SPring-8 BL01B1 との関係はどう考えるか  
(競争と共栄が重要である)

#### (1) 時分解X線により期待される科学(光触媒反応の研究)

光触媒は、光を化学エネルギーに変換したり、環境浄化に利用されたりして、現在急速に発展しています。また、光の効率的な利用や長波長の光の利用など、さらなる触媒開発が求められている分野であります。したがって、活性に何が効いているか？ 活性点の構造はどうなっているのか？反応の中間体はなんであるかということ調べることは重要であります。

加藤英樹博士(東京理科大学)は、世界最高性能をもつ水の可視光による光分解触媒であるNiO/NaTaO<sub>3</sub>:LaのEXAFSによる構造解析について報告されました。この研究でNiがLaの影響で高分散し、高活性化につながることがXAFSの解析から見いだされたということです。EXAFSが高分散した触媒活性点を解明した好例といえます。一方で、将来照射下におけるin-situ時分割XAFSを実行し、光触媒のメカニズムの解明に対する期待を述べ

られました。時分割実験が先行している吸収法による光触媒の研究例の報告を大西洋教授(神戸大学)がなされました。同じ高性能水分解光触媒であるNiO/NaTaO<sub>3</sub>:La触媒を時分割赤外分光法で研究し、可視光によりコンダクションバンドに励起された電子の吸収から、電子の寿命や反応性を議論しました。研究によると、その寿命は、数-数十マイクロ秒であるとのことでもあります。ARのパルス性とポンプレーザを用いて、XAFSをこの系に適用することで、この励起状態の構造情報を得る可能性があることが示唆されました。さらに早い反応をX線で追跡できる可能性については、足立伸一助教授(PF)らが行っておこなっているピコ秒分解X線回折の手法が参考になりました。レーザパルスと、X線パルスを同期して、回折線の変化を調べることで、結晶構造の光による変化を追跡する光誘起化学反応追跡研究を紹介されました。さらにXAFSにおいては、稲田康宏助教授(PF)がナノ秒領域のXAFSの可能性について予備実験を始めており、この成果が今後注目されます。また、稲田助教授は、ZSM-5中のCuをDXAFS法で追跡し、速度論とXAFSデータを合わせて解析して、各ステップの中間体構造を1つずつ決定することに成功しました。パラメータ空間の次元の小さいXAFSスペクトルを時間の関数として特定し、速度論により各時間の変化を結びつけることで、パラメータ空間の次元を増す試みは興味深い研究であります。また松尾修司博士(福岡大学)は、金属化合物の光による状態変化をXAFSによりその場観察することで、光反応メカニズムの解明を行うという研究提案をされました。

#### (2) 高エネルギー XAFS 法による新たな研究展開

これまで、PFにおける20 keVを超える吸収端の測定に関しては、BL-10Bにおいて、Pd吸収端付近まで、3 GeV運転によりIまで測定が可能であり、BL-14Aにおいては、Pt K吸収端まで測定がなされていましたが、PFで得意とする分野ではありませんでした。しかし、20 keVをこえる領域には、触媒材料として重要なRh, Pd, Agがあります。また、先にふれたNi/NaTaO<sub>3</sub>:La光触媒のLa K-edgeもこのエネルギー領域に入ります。こうした領域で、どういうXAFSのアクティビティが期待されるか 講演を3件をお願いしました。また、聴衆者からも研究提案がなされました。

原田雅史助教授(奈良女子大)は、超臨界液体中のRh/Pt合金ナノ粒子合成過程や錯体構造のin-situ XAFS測定について述べられました。RhとPtの両吸収端から同じサンプルに対して測定することで、その構造を精密に議論することができます。こうした研究においては、X線透過窓としてダイヤモンド、特に多結晶性ダイヤモンドが有効であることを示されました。松下暢氏(山口東京理科大学)はAg/Pdバイメタリックナノクラスターの自発的生成現象について、SPring-8 BL01B1での研究例を紹介されました。AgのナノクラスターとPdのナノクラスターを混ぜておくだけで、AgPdのバイメタリッククラスターが自然に



休憩中の参加者の様子

できるという興味深い現象がおこります。このように金属ナノクラスターの研究において高エネルギー XAFS は重要なキャラクタリゼーション手法であります。また、ナノ粒子形成過程の in-situ 分析で Quick XAFS の活躍が期待されます。富重圭一助教授（筑波大学）の Rh バイオマス触媒の構造解析などに対する XAFS の研究が提案されました。原賢二博士（北海道大学）は、総合討論の中で、Si 基板上の高活性 Pd 触媒の話をされ、Pd の構造解析を XAFS で行うという研究提案をなされました。この系は、低い表面積しかもたない Si 基板上にもかかわらず、均一触媒をしのぐ高活性を示すという驚異的な触媒であり、なぜ、このような活性を示すのか XAFS により解明されることで新しい触媒化学が展開されると期待されます。

### (3) NW10 における X 線異常散乱の新たな展開

異常 X 線散乱については、春山修身教授（東京理科大学）がアモルファス合金における X 線異常散乱による研究の意義を強調されました。X 線異常散乱においてもそれぞれの元素に合わせた広いエネルギー領域の測定が重要です。とくに高いエネルギー領域においては、Pd を含む金属ガラスに興味深い物理挙動があるということでもあります。杉山和正助教授（東京大学）は、X 線異常散乱グループとしては、常時据え置きとして装置があるよりも自由度の大きな空間があったほうがよいという希望を述べられました。いずれにせよ、XAFS と X 線異常散乱との共存、共用は可能であります。

### (4) SPring-8 BL01B1 との関係

さて、NW10 のアクティビティは、SPring-8 の BL01B1 と重なる面があります。したがって、SPring-8 BL01B1 との関係について真剣に考える必要があります。そこで、SPring-8 で活躍されている奥村和博士（鳥取大学）と BL01B1 を統括されている宇留賀朋哉博士（JASRI）に SPring-8 における BL01B1 とそこでの Quick XAFS および時分割 XAFS の研究の紹介をいただきました。奥村和博士には Pd や Au の構造変化を Quick XAFS, DXAFS で追

跡した結果を話していただきました。宇留賀朋哉博士には、BL01B1 における Quick XAFS の現状を話していただきました。その中で、Quick XAFS は単に時分割測定を行うだけでなく、迅速に通常の XAFS を測定することができる手法であるという指摘が成されました。また、PF と SPring-8 とは、それぞれ重点ユーザ層が異なることから、両方に高エネルギー XAFS や Quick XAFS を目指したビームラインがあることが重要であるという意見を述べられました。こうしたビームラインが両者に建設されることは、互いにより刺激と情報交換がおこなわれ、よい意味の競争と共栄がはかられることが期待されます。

ここで紹介された脱硫触媒、光触媒やナノクラスターなどの研究例は、ユーザの意見の一部であり、NW10 が建設され、運転されるようになると他にも様々な新しい科学につながる研究が展開されることが期待されます。NW10 の建設にあたっては、人的資源、資金等まだ不透明な部分があり、物質構造科学研究所、高エネルギー加速器研究機構のみならず、ユーザをはじめとする多くの方々のご協力が望まれるところであります。この場を借りて皆様のお力をお借りできるよう強くお願い申し上げる次第であります。

よろしく申し上げます。

なお、本研究会の報告集は KEK Proceedings 2004-16 として電子出版されています (<http://ccdb3fs.kek.jp/tiff/2004/0425/0425016.pdf>)。印刷版についても近日中に完成予定です。

### 研究会のプログラム

12月24日	
13:00	受付開始
13:30~13:40	朝倉清高（北海道大学）Opening
13:40~14:30	岩澤康裕（東京大学） In-situ 時分割 XAFS と触媒化学
14:30~15:20	Ted S. Oyama（Virginia polytech） New Catalysts for Hydroprocessing: Transition Metal Phosphides
15:20~15:30	休憩
15:30~15:50	朝倉清高（北海道大学） In-situ XAFS 新規金属燐化物脱硫触媒の機能と構造解明
15:50~16:30	野村昌治（KEK・PF） 高エネルギー XAFS 実験用ビームライン
16:30~16:55	鈴木あかね（KEK・PF） QXAFS の現状と測定上の問題点について
16:55~17:20	阪東恭子（AIST） Pd-Pt 触媒の in-situ XAFS 構造解析
17:20~17:40	原田雅史（奈良女子大） In-situ EXAFS 測定による金属イオン・金属ナノ粒子の構造解析
17:40~17:55	加藤英樹（東京理科大学） 水の分解反応のための光触媒材料の XAFS によるキャラクタリゼーション

17:55~18:08 松下 暢 (山口東京理科大学)  
自己組織化により生成する Ag/Rh 二元金属  
ナノ粒子組織体：EXAFS による構造解析お  
よび生成機構の検討

12月25日

9:30~10:00 稲田康宏 (KEK・PF)  
動的 XAFS 解析の可能性

10:00~10:30 足立伸一 (KEK・PF)  
ピコ秒分解 X線回折

10:30~10:45 休憩

10:45~11:15 大西 洋 (神戸大学)  
時間分解赤外分光でみる界面光反応のダイ  
ナミクス

11:15~11:25 松尾修司 (福岡大学)  
紫外・可視光線の照射による金属化合物の  
状態変化のその場観測

11:25~12:10 春山修身 (東京理科大学)  
Change in local structure of Pd-based metallic  
glasses during relaxation

12:10~13:20 昼食

13:20~13:40 富重圭一 (筑波大学)  
触媒表面の酸化還元に伴う構造変化：バイ  
オマスやメタンからの合成ガス製造触媒に  
ついて

13:40~14:00 奥村 和 (鳥取大学)  
QXAFS および DXAFS 法によるゼオライト  
での Au, Pd クラスターの動的挙動観察

14:00~14:30 宇留賀朋哉 (SPring-8)  
SPring-8 BL01B1 における Quick XAFS の現  
状

14:30~15:30 全体討論 (春山, 原氏の講演)