

■ 軟X線顕微鏡を用いた有機薄膜太陽電池中の分子混合の観測
 ■ セシウムの層状ケイ酸塩への吸着に及ぼす天然有機物の影響













施設だより	村上	洋一		1
現 状				
入射器の現状	古川	和朗		2
光源の現状	小林	幸則		4
放射光科学第一,第二研究系の現状	足立	伸一		6
FRI計画推進室報告 ····································	河田	洋		7
最近の研究から	1 1 144	• •		·
軟X線顕微鏡を用いた有機蓮睫太陽雷池中の分子混合の観測	・安田	別		
武市 泰里・米澤 安平・营 十届、高橋 嘉夫・吉田 郵司・井波 幅人、間瀬 一支	<ul> <li>小野</li> </ul>	宙大		9
Molecular Mixing of Organic Photovoltaic Device as Investigated by Scanning Transmission X-ray Mi	croscor	у (STX	M)	0
れいけんではは、「いれい」の「の「ない」では、していたのでは、していたので、「いっていい」では、「いっていいい」では、「いっていいい」では、「いっていい」では、「いっていい」では、「いっていい」では、「いっていい」では、「いっていい」では、「いっていい」では、「いっていいい」では、「いっいい」」、「いっていい」では、「いっていいい」では、「いっていい」」、「いっていい」」、「いっていい」」、「いっていいい」、「いっていいい」、「いっいいい」、	・武市	y (517) 表甲		
ファン チャナフィ・田山 万山・坂口 続・宣太 千司・廿池 起人・問瀬 一改	. 小昭	家力 宮十		12
ファン アドオフィー山中 刀匹・奴口 一校 日平 「守・开仮 物八・间旗 厚 Influence of Netural Organia Matter on the Advantion of Cacium into Dhyllocilicate Minorale	- /111	見八		15
mindence of Natural Organic Matter on the Ausorption of Cestum into Thynosincate Minerals 建設・改造ビールコインを使って				
建設・以近し「ムノイノを使うし コンパタトCTVMの開発	武士	本田		10
コンパクトSIAMの用光	E€111	<b></b>		10
ノレ入リリー入				~~
電子アハイ人の製造技術向上に期待 一有機半導体表面での構造変化を初観測				20
研究会寺の開催・参加報告		- 4		~ 1
KEKサマーチャレンジ物質・生命コース実施報告	熊并	坮児		21
International Conference on Mechanical Engineering Design of Synchrotron Radiation Equipment and				
Instrumentation (MEDSI2014) の報告	間瀬	一彦		23
The 12th International Conference on X-ray Microscopyに参加して	菅	大暉		25
IUCr MaThCryst & CIMS Workshop "Symmetry Relationships between Crystal Structures				
with Application to Structural Phase Transitions"に参加して	斉藤精	井太郎		26
CCP4 Crystallography School and Workshop:From data processing to structure refinement and beyond				
ワークショップ開催報告	松垣	直宏		28
企業研究者向けXAFS講習会(2014)開催報告 君島 堅一・須田山貴亮	・古室	昌徳		
木村 正雄・阿部 仁・仁谷 浩明・武市 泰男	・丹羽	尉博		30
ユーザーとスタッフの広場				
PF滞在記 - マルチプローブと鉄系超伝導	山浦	淳一		32
小林正起氏,第19回日本放射光学会奨励賞を受賞				34
豊島 章雄氏, KEK技術賞を受賞				34
コンパクトERLグループ、諏訪賞を受賞				35
PFトピックス一覧(11月~1月)				36
PF-UAだより				
3年の活動を振り返って	佐藤	衛		37
平成26年度第一回PF-UA幹事会議事録				39
平成26年度第一回PF-UA運営委員会議事録				39
				00
人 事 早 動 • 新 人 紹介				40
大学共同和田楼関注人高工ネルギー加速翌研究機構物質構造科学研究所教員公募について(依頼)				41
大日本市内市成長は大同二十四十一 加速曲向りに成時の反映進行日 向りの方気気ム券につく く (広振)				11
第3回物構研サイエンスフェスタ 第6回MLFシンポジウム/第32回PFシンポジウム開催に関して				
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	• 111-12	至信		12
雨小 叶隆 亚成27年南洛期フォトン・ファクトリー研究会の蒼隼	채ト	王口 洋 <b>一</b>		4L 11
十成27年度後期ノオトン・ファクトリー研究云の募集 亚式27年度後期サオトン・ファクトリー研究云の募集	ту <u> </u>	{+·		44
十成27年度後初共同利用天歌味趣公券に ジャーC 				44
アル 見 運転フケジュール (April a July 2015)				40
理転入ソンユール(Aphil ~ July 2013) 相二に				47
均小伙	ウルキ	とはフ		10
	• 于炡ヲ	118丁		48
平成27年度則期放射尤共回利用美駛採択課題一覧(G型)				51
平成26年度後期からこれまでに採択されたP型課題				54
現64回 物質構造科学研究所連宮会議議事次弟 ····································				55
おりつ回 初賀 構道科子 研究所 連宮 会議議事 次弟				55
				55
平成26年度第2期配分結果一覧	•••••			56
編集委員会だより				61
巻末情報				62
(表紙説明)【上図】 軟X線顕微鏡光学系の模式図および写真(建設・改造ビームラインを使って「コンパクト STXM	の開発」	より)	make a financial	
	から「歯	か * シ ※白日	白洲短ち田い	v ta

次

目

【下左図】 F8T2/PC71@BM の走査型 X 線透過顕微鏡像 [(a)-(d)] と炭素 K 吸収端スペクトル [(e)] (最近の研究から「軟 X 線顕微鏡を用いた 有機薄膜太陽電池中の分子混合の観測」より) 【下右図】チェルノブイリの河川懸濁粒子をcSTXMで測定した結果、粘土鉱物(赤)が有機物(腐植物質と同定:青)に覆われていることがわかった。(最近の研究から「セシウムの層状ケイ酸塩への吸着に及ぼす天然有機物の影響」より)

春の陽光が待ち遠しい今日この頃、皆様には卒論・修論・ 博士論文の仕上げや審査に多忙な日々を送られていること と存じます。KEK では、鈴木厚人機構長の任期満了によ り、来年度から山内正則次期機構長(現素核研所長)のも と,新しい執行部体制で運営が始まります。物構研では, 山田和芳所長が次期物構研所長として再任されました。2 月13日の物構研運営会議では、山田所長より次の物構研 執行部が提案され承認されました。副所長:村上洋一(再 任), 瀬戸秀紀(再任), 放射光第一研究系主幹:雨宮健太, 放射光第二研究系主幹:足立伸一(再任),中性子科学研 究系主幹:大友季哉(再任),ミュオン科学研究系主幹: 三宅康博、構造生物学研究センター長:千田俊哉(再任)、 構造物性研究センター:門野良典。この施設だよりもこれ まで11回書かせて頂きましたが、今回はこの任期中にず っと考えてきました PF 将来計画に関する考え方について、 少し私見を述べさせて頂きたいと思います。具体的な PF 将来計画については、物構研運営会議のもとに設置された PF 将来計画検討委員会において,集中的に議論が行われ ている最中です。本委員会では今年度末に中間まとめを行 い、来年度初めには物構研運営会議にそれを報告する予定 です。なお、3月18日開催予定のPFシンポジウムでは、 PF 将来計画に関して PF ユーザーの皆様と十分に議論させ て頂く予定ですので、是非、ご出席をお願い致します。

### フォトンファクトリー将来計画の考え方

PFは1982年より32年間以上稼働を続け、大学共同利 用を中心に重要な役割を果たしてきました。約10年前の 2005年, 物構研ではその運営会議のもとに「PF 次期光源 検討委員会」を設置し、PFの将来計画に関する検討を行 いました。その検討結果を受け, KEK 物構研では Energy Recovery Linac (ERL) を PF 次期光源の候補と定め、そ の R&D をスタートしました。その後, KEK は PF および PF-AR での共同利用実験を行いながら, ERL の実証機と してのコンパクト ERL (cERL) を建設し, ERL 実証実験 を行っています。昨年の cERL によるエネルギー回収運転 の成功により, ERL 技術の基礎部分が確立したと同時に, 幾つかの技術的課題も明らかになってきました。一方でこ の数年の間に、放射光コミュニティからは3 GeV クラス の高輝度中型放射光源の実現を望む声が高まってきまし た。世界の放射光科学の動向,このクラスの第3世代放射 光源が日本に存在しないこと, リング型放射光源性能の顕 著な進歩などがその理由の一部であると思います。日本放 射光学会は、学術会議のマスタープランに対し「新しい時 代の科学技術立国を支える放射光科学の高輝度光源計画」 を提出し、3 GeV クラスのリング型高輝度光源の実現が急 務であることを訴えました。また、PFのユーザーコミュ ニティである PF-UA は「PF および日本の放射光科学の将 来への提言」(PF-UA 白書)をまとめられました。その中

では、新しい高輝度中型放射光源の建設とその効率的運営 が提言されています。マスタープランと PF-UA 白書の両 方において述べられている事は、高輝度光源の建設・運営 においては、オールジャパン体制で取り組むべきであると いうことです。他の放射光施設や関連大学と密接な連携を 保ちながら、新しい共同利用体制を構築することが必須で あるとも述べられています。

PFを取り巻くこのような環境の変化に対応して、PF将 来計画も見直していく必要が出てきました。私は、PF将 来計画の策定に際して,下記のような点を熟慮する必要が あると考えています。PF 将来計画は、まず、サイエンス をベースに議論された放射光コミュニティの意向に沿った ものでなければなりません。日本全体の放射光科学の発展 にとって最善の選択をする必要があります。一方, PF では, 年間約3400人のユーザー(そのうち大学院生が約1300人) が実験をして,年間700報を超える論文を生産しています。 PF はこのようなアクティビティーを継続・発展させる責 務を担っています。しかしながら、将来計画は現在のアク ティビティーのみを重視する近視眼的なものであってはな らず、長期間にわたって積分した成果が、最大となるよう に考える必要があると思います。そのためには、将来計画 はサイエンスの発展を見据えたものであると同時に、技術 と建設・運営予算の両面から、あるスケジュールに沿って 実現可能な計画であることが必要です。そして、その将来 計画に関わる人々(光源を作る人:加速器の専門家、施設 を運営する人:施設スタッフ,施設を使う人:放射光ユー ザー,科学的成果を享受する人:国民)が,やり甲斐を持 って仕事に取り組み、満足を得られるものでなければなら ないと思います。以上のような観点のバランスをうまく取 ることが重要で、この中のどれかが著しく損なわれるよう な計画であってはうまく行かないと思います。また、世の 中の変化のスピードは加速度的に速くなっています。その 中で我々はそんなに遠くまで見通すことはできないという ことを自覚し,将来計画は国内外の状況を踏まえて,常に 見直しを行いながら進めることが重要であると考えていま す。

これらの点を考慮すると、PF 将来計画の基本的な考え 方は次のようになるかと思います。短・中期計画において は、PF および PF-AR のアップグレードを続けながら安定 な運転を行なう。一方,オールジャパン体制の基で,高輝 度中型光源計画の実現に向かって全面的に協力する。長期 計画においては,高輝度中型光源の先にある先端的放射光 源の実現を目指して開発研究を継続する。これらの計画は 常に見直しを行い,様々な状況の変化に対応できるよう, 出来る限りの準備を進めておく。

# 入射器の現状

### 概要

2014 年度秋季においては、PF Ring 及び PF-AR の放射 光施設への電子入射運転や低速陽電子施設のユーザ向けビ ーム運転は順調に行われ、また、夏季において改造作業を 進めた装置を用いて、SuperKEKB 向けのビームの試験運 転も進展した。その中で 12 月には 2 件のヒヤリハット事 案があり、改めて慎重な運用が喚起された。

当初,1~2月には入射器の単独試験運転が予定されていたが,KEKB運転予算の削減を受け,来年度に向けた準備 作業に専念することとし,最低限のビーム開発を維持するためのRF電子銃周りの試験を実施することにしている。

### RF 電子銃の安定化

SuperKEKB 計画に向けた低エミッタンスで大強度の電子(5 nC/bunch, 100 bunch/second, 20 mm·mrad, ΔE 0.1%)の入射のために,入射器においては大電流 RF 電子銃の開発を進めている。将来は,この電子銃を放射光施設の入射にも使用するかもしれない。RF 電子銃の構成要素のうち,QTWSC型 RF 空洞と Ir5Ce 光陰極はほぼ開発を終えており,限定された条件では既に必要な電子ビームが得られている。これらの要求仕様は他の加速器施設と大きく異なる部分であり,大出力レーザーが必要とされるため,長期連続運転を目指して,今年度からその安定化に注力している。



図1 再生増幅器をマルチパス増幅器で置き換えた多段レーザー構成。



図2 通常のマルチパス増幅器(左)と新しいマルチパス増幅器(右)。構成要素が少なくできる。

例えば、これまでの試験ビームは低繰り返しで平均発熱も 低いため、ファイバー増幅器や再生増幅器などの既存の技 術が利用できたが、徐々に発熱のレーザー出力や安定度へ 与える影響が無視できなくなってきた。中程度のビーム繰 り返しのために、増幅率の高い再生増幅器の代わりにマル チパス増幅器を用いて構成した多段レーザーシステムを使 用した(図1)が、さらに改良を進めているところである。

また,多数の複雑な構成要素を持つレーザーシステムの 長期の保守管理の検討も進めている。その一つの試みとし て,12月には図2のように多数の鏡を用いたマルチパス 増幅器を新しいマルチパス増幅器に移行させて成功してい る。図では新しいマルチパス増幅器がシンディスクで2回 しか増幅していないが,実際には多数回の増幅を行ってい る。

### 陽電子標的遮蔽の設計

SuperKEKB 計画に向けては,陽電子のビーム増強も重 要課題となっており,現在主要な装置が設置され,電力や 冷却水の設備の整備に従って,徐々にビーム試験を進めて いる。大強度陽電子を得るためには,大強度一次電子をタ ングステン標的に衝突させるが,その周囲に充分な遮蔽を 用意する必要がある。小電流のビーム試験とシミュレーシ ョンの結果から必要な遮蔽を推測し,さらに装置の保守作 業を考慮した構成を検討した。特に標的周辺の機器は放射 化が激しいので,故障時の装置取り出し作業を容易に行え るように遮蔽を設計することは重要である。現在図3のよ うな遮蔽を2~3月に設置すべく作業を進めており,来年 度の施設検査で評価を受ける予定である。





図3 現在の陽電子生成装置とそれを覆う遮蔽の設計。

### 光源リングの運転状況

PF リング, PF-AR の 11 月 10 日~ 12 月 10 日までの一 ケ月の蓄積電流値の推移を図 1 に示す。PF リングではこ の期間にハイブリッドモードでの運転が行われた。ステア リング電磁石用小型電源の制御系に異常が起こっていたり (次節で解説),真空系に多少の不具合が生じているものの, ユーザ運転を中断するようなビームダンプは少なく概ね順 調な運転が行われた。PF-AR も,今期は入射・加速も順調で, 比較的安定な運転が行われた。PF リングは,12 月 26 日(金) 9:00, PF-AR は 12 月 15 日(月) 9:00 までユーザ運転が行 われ停止となった。

# PF リングのステアリング電磁石用小型電源トラブルについて

ユーザ運転には大きな支障は起こっていなかったもの の,ごくまれに軌道が跳ねる現象がみられ,その原因がス テアリング電源の制御系で異常が起きていることがわかっ てきた。調査によると、小型電源制御用 VME No.5 につな がっている電源(19 インチラック No.7 と No.8)が異常出 力を出し続けているという状態となっていることが判明し た(図 2)。指令値は変化していないので、アナログ出力 の問題であり、おそらく VME 電源がおかしいと推測され た。しかしながら、VME サブラックでは、± 12V 電源と +5V 電源の 2 つを使用しているが、電圧が下がっていない かどうかを確認しようにも、電圧モニタ用端子が無いうえ に、全スロットが埋まっている状態で確認できない状況で あった。さらに、電源の代替品を用意できても、以下の理 由により、配線をやりなおすのはかなり手間がかかること がわかった。

- (1) 100V 配線がラックに固定され,背面のブレーカに接続されている。
- (2) VME サブラックを手前に引き出すことは、不可能で はないが手間がかかる。
- (3) 背面は小型電源の出力パネルが全面についていて,



図 1 PF リングと PF-AR における蓄積電流値の推移を示す。LS は入射器調整, MS はリング調整, BD はビームダンプを示している。



図 2 PF リングの小型電磁石電源とその制御系の一部。

手が入らない。

- (4) 両側にラックがあるので、横からのアクセスは無理 な状態である。
- そこで,当面の対策(可能性含む)として以下の策を講じた。
- (5) 予備の VME サブラックを用意した。現行品の予備 は無いので,モニタグループのもの1台, KEKBの 予備品1台を予約した。
- (6) 電源の予備を購入した (5V30A, ±12V5A)。
- (7) 1ラックあたりの負荷を減らす方法を検討した。
- (8) 制御線を外して Local 制御(固定)した。
- また、中期~長期の対策としては以下のことを検討した。
- (9) いずれ他の VME 電源(残り 10 台)も交換するのは 必須とした。
- (10) 今の方式をあきらめて、YokogawaPLC + IsolationAmp の構成で制御できるようにすることを念頭にして (電源 20 台分)、業者に見積もりを依頼した。

運転停止となる 12 月 26 日(金) 9:00 まで大きなトラブ ルにならないことを期待しつつ,起きた場合は,運転を一 時停止して当面の対策をとる準備を施した。





図 3 磁場調整を終了した搬入待機中のU#13(上: APPLE-II型 可変偏光アンジュレータ)とU#28(下: 六列型可変偏光ア ンジュレータ)。

## 停止期間中の作業

運転停止後再開までの主な作業は、2台のアンジュレー タU#13とU#28(図3)をPFリングに設置することである。 それぞれの磁場調整は終了し、本体は搬入を待っていると ころである。リング設置場所周辺の電磁石や真空系の作業 が整った後の、2月2日~13日の期間に搬入設置を行う。 スケジュール表を図4に示す。来年度リングが再開された と同時に、ビームを用いた調整が開始される予定である。

11月	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
																	◀			1	1#13	秘也	言測点	2				-			
																				, <b>`</b>	5#10	RAA ~	A 1761 10	-							
12月	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
	•	-	-																							•					
										ι	J#13	磁均	昜測に	È												<->					
																							現I	D#13	8&ID	#28放	τ射紛	チェ	ック		
1月	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
								<->		◀																					
						挽	ያእጉ	・見・	打合	t	放卵	村光白	学会						•											-	
		_																	#13	上沅	Qma	g半著	訓(2日	1)•!	ノンク	真空	作業				
		•			-	•	-	•	•	10		10	10			10	47	10	10		0.4	~~~		~ 1	0.5		07				
2月	1	2	3	4	5	6	1	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28			
		4		00.5		. 184	50. 7	en s	2																						
		U#13	0&U#	20 1	792	// f	ወ ላ	武區	1																						

U#13, U#28の磁場調整とリング設置スケジュール

図4 U#13とU#28の磁場調整とPFリングへの搬入・設置スケジュール。

# 放射光科学第一, 第二研究系の現状

### PF および PF-AR の運転状況とスケジュール

PF および PF-AR の 2014 年度第 2 期(9~12 月)の運転は、 予定通り PF は 12 月 26 日(金)に、 PF-AR は 12 月 15 日 (月)に終了しました。年が明けて 2015 年となりましたが、 以前からお伝えしております通り,今年度は光熱水料の 制約のため、第3期(1~3月)のユーザー運転は実施い たしません。年間のユーザー運転時間は、 PF では 2328 時 間, PF-AR では 1992 時間となりました。このユーザー運 転時間数は通常運転としては過去最短であり、 ユーザーの 皆様には大変ご迷惑をおかけしていることをお詫びいたし ます。このような状況を少しでも改善すべく、今年度はユ ーザーの皆様の協力を得ながら運転時間確保に向けた取り 組みを進めて参りました。その結果、平成27年度予算の 内示を受けて、来年度は PF、 PF-AR ともユーザー運転時 間で 3000 時間程度を確保できる見込みとなり、現在、平 成27年度の詳細な運転スケジュールの調整を進めている ところです。これもひとえにユーザーの皆様からの強力な サポートのおかげと,深く感謝しております。今後とも引 き続きユーザー運転時間の確保に向けて、ご支援を賜りま すよう,よろしくお願いいたします。

#### ノーベル物理学賞と PF

ご存知の通り、昨年の10月7日、スウェーデン王立科 学アカデミーによるノーベル物理学賞が発表され、青色発 光ダイオード(青色 LED)を開発された赤崎勇先生,天 野浩先生,中村修二先生の受賞が決まりました。PF にお いても,名古屋大学の竹田美和先生(現:(公財)科学技 術交流財団あいちシンクロトロン光センター)、田渕雅夫 先生のグループにより,赤崎先生,天野先生の研究室で作 製された窒化物半導体試料の構造研究が行われました。窒 化ガリウム半導体材料の特性向上には、原子レベルでの結 晶成長の制御が必要であり,物質を原子レベルで観察でき る放射光は、半導体開発には欠かせないツールでした。研 究グループでは、X線 CTR 散乱法や蛍光 EXAFS 法など を複合的に用いて、窒化物半導体の特性発現のメカニズム に関する論文を出版され、そのうち6報が PF 論文データ ベースに登録されています。このように PF がノーベル賞 に関連する研究成果の創出に寄与してきたことを大変喜ば しく思います。詳しくは以下のトピックス記事をご覧くだ さい (http://imss.kek.jp/news/2014/topics/1008nobelprize/)。

前述の PF 運転時間の確保に向けた取り組みとも深く関 連しますが, PF 発の研究成果を分かりやすく一般社会に 向けて発信することは,今後とも極めて重要であると考え ています。ユーザーの皆様には,今後も最新の研究成果に ついてぜひ積極的にご連絡いただきますようお願いいたし ます。

### PF 一般安全について

PF では年度最初の実験の前に一般安全の講習ビデオを ご覧いただいておりますが、昨年度より放射線安全に関す るビデオ講習が追加されたことにより、ビデオの視聴時間 が総体として長くなっておりました。そこで、昨年10月 より安全講習に関する方式を変更し、一般安全講習ビデオ については, e- ラーニング形式でオンライン受講が可能な 形に変更いたしました。具体的には、講習を「PF 一般安 全講習」と「放射線安全講習」に分離し、「PF 一般安全講習」 はオンラインでビデオを視聴したのち、受講確認のための 試験を行い「合格証」を発行しています。「PF 一般安全講 習」をオンラインで事前に受けていただければ、「放射線 安全講習 | だけを PF に来所後に視聴していただくことに なり、PF での講習時間が短くなります。安全講習を e- ラ ーニング形式にするのは初めての試みということもあり, ビームタイム利用記録等を通じて、ユーザーの皆様からい くつかの問題点をご指摘いただいております。例えば、す でに KEK にユーザー登録されているユーザーの方にはメ ールにてご連絡をしておりましたが、昨年10月以降に初 めてユーザー登録された方には周知メールが届いていなか ったため、オンラインではなく、PF 現地にて一般安全講 習ビデオをご覧いただくという事例が生じました。また講 習ビデオの試験問題の内容についても、改善を求めるご意 見をいただいております。今後、関係者で改善に向けて引 き続き検討を行って参ります。来所に必要な手続きの変更 点は PF のホームページでも告知しておりますので, 来年 度の一般安全ビデオ講習の受講に当たっては、ぜひ事前に オンラインで受講していただくようお願いいたします。

### ビームラインの立ち上げ状況と作業予定

上述の通り,現在 PF および PF-AR は停止期間に入っ ています。1~3月期の比較的大きな工事としては,BL-17Aのアップグレード工事が進行中です。この休止期間中 に,X線ビームの更なる微小集光化と回折計の改造,ピク セルアレイ型検出器の導入を行います。幅広い波長領域 で10 µm 角程度の微小集光ビームを用いた実験が行える ほか,結晶化プレートを含めた非凍結試料からの回折デ ータセット収集などが行えるよう整備し,2015年5月に は共同利用実験を再開する予定です。また光源関係では, 新規挿入光源 ID#13 と ID#28 のインストールが進行中で す。立ち上げ中のビームラインの情報については,適宜 PF のホームページのビームラインの再編・統廃合欄に掲 載しておりますので,ご確認ください(http://pfwww.kek. jp/whats\_new/announce1408\_beamline.html)。

### 人事関係

最後に人事異動についてご報告します。PF で長年に

わたり活躍された張小威さんが、2014 年 12 月 31 日付で KEK を退職され、中国・北京にある中国科学院高能物理 研究所 Institute of High Energy Physics(IHEP)の上級スタ ッフとして異動されました。張さんは、1989 年に高エネ ルギー物理学研究所放射光施設(当時)に着任後、世界初 の真空封止型X線アンジュレータを光源とするビームライ ン NE3 の担当者として、実験ステーションの設計、建設 と立ち上げを担当され、放射光による核共鳴散乱測定法の 開発,精密X線光学素子の開発,X線結晶密度法によるア ボガドロ定数の精密測定など多くの研究成果を挙げられま した。IHEPでは北京郊外に建設予定の次期高輝度放射光 源のビームライン設計・建設に参画される予定とお聞きし ています。今後の更なるご活躍をお祈りいたします。

# ERL 計画推進室報告

### はじめに

2015年が始まり,昨年の秋から準備を進めてきた日本 原子力研究開発機構(JAEA)との共同開発で進めている レーザーコンプトン散乱X線ビームラインも順調に建設が 進行しました。今年度末までに,そのX線の取り出しを目 指して,現場のメンバーは頑張っています。もちろん,こ のプロジェクトの背景には,数10ミクロンの電子ビーム サイズの cERL の安定運転と,レーザー共振器のよる大強 度かつ数10ミクロンのレーザー光との衝突を調整する技 術力が必要とされます。この事は決して容易ではありませ んが,その技術力は将来の先端光源に繋がるものと理解し ています。

手前味噌ですがこの正月になって嬉しいニュースが入っ てきました。それは、高エネルギー加速器科学研究奨励会 から、コンパクト ERL 加速器建設チームに「エネルギー 回収型リニアックの基幹技術確立をめざした試験加速器の 建設とビーム加速による性能実証」という内容に対して、 諏訪賞に選ばれた旨の連絡です。詳細は以下の URL を参 照してください。http://www.heas.jp/award/h26zyusyou.html

2006年に次期放射光源として ERL 実現を目指して ERL 計画推進室が発足し,当面その試験加速器であるコンパク ト ERL の建設と実証運転を目指して内外の研究者が集ま って作業を行ってきましたが,一つの区切りの評価を頂い たことに素直に感謝すると同時に,今までご支援いただい たユーザーの皆様に深く感謝いたします。今後,電流増強 を含めて着実な性能向上を目指すとともに,先端放射光源 実現に向けて,チームとして努力いたしますので,今後と もご支援いただければと思っています。

### cERL での進捗状況

この3か月間で cERL の現場では、日本原子力研究開発 機構(JAEA) との共同研究で進めているレーザーコンプ トン散乱 X線の発生に向けての整備が、目に見える形で 進んできました。図1は、加速器室外に設置される大強 度 CW レーザーを設置するレーザーハットの建設の様子 で、昨年11月に撮影したものです。このハットの整備の 後、本体の大強度レーザーシステムは JAEA の関西研究所 ERL 計画推進室長 河田 洋



図1 加速器室外に設置される大強度 CW レーザーを設置するレ ーザーハットの建設の様子。



図2 恒温壁が建設された加速器室内の様子(11月)。

で試験を終えて、12月にハット内に設置・調整そして安 全検査が終了するまでに至っています。一方、図2は加速 器室内の11月の様子で、レーザー衝突部の温度管理をよ り精密に行うために恒温壁が建設されました。その後、こ の衝突点に4枚の光学ミラーを組み合わせたレーザー光蓄 積装置が導入され、ビームラインとのつなぎ込みが終了し



図3 放射線シールド内のビームシャッターを含むビームライ ンの様子。



図4 建設されたレーザーコンプトン散乱実験ステーション。

て電子ビームを待っている状況になっています。12月に は、加速器シールド室からレーザーコンプトン散乱X線を 取り出し測定するためのビームラインと実験室の設置、そ してそれらのインターロックシステムの構築が行われまし た。図3はシールド内のビームライン、図4はシールド外 の実験ステーションの現状です。 一方, cERL の加速器自身は, 大幅なハードウエアーの 変更はありませんが, 前回の加速器の放射線申請の上限の 電流値を一桁上げた 100 µ アンペアに放射線変更申請を行 い, 1月からの調整運転を待っている状況です。1月下旬 から加速器調整運転を開始し, 2月中旬には原子力規制庁 による施設検査を受ける段取りで前回よりも一桁高い電流 値での運転を目指しています。施設検査合格後は, 今年度 末まで, レーザーコンプトン散乱X線の発生(電子ビーム とレーザービームの衝突調整)に向けて関係者が一丸とな って全力で取り組んでいます。

### ERL 技術開発の整理

昨年度末に cERL においてエネルギー回収運転にたど り着き,その後,運転の質の向上を務めてきました。今 後,次のステップに向かおうとしている現段階で,これま での立ち上げ~ビーム運転を振り返って以下の項目を整 理するための cERL ミニワークショップを 12 月 19 日と 1 月 19 日の二日に亘って開催しました(http://pfwww.kek.jp/ PEARL/cERL miniWorkshop/)。

- ●これまでの進捗状況
- cERL の運転を通して、何が達成できたのか?
- ●今後の残された課題は?
- ●その課題を克服するための見通しは?

各グループからのプレゼン資料を見て頂くと, cERL の状況と達成された項目および今後の課題が良く理解できると思います。上記の URL にはプログラムだけではなく,プレゼン資料を含めて掲載していますのでご興味のある方は是非ご覧ください。

# 最近の研究から

### 軟 X 線顕微鏡を用いた有機薄膜太陽電池中の分子混合の観測

守友浩<sup>-1</sup>, 櫻井岳暁<sup>1,2</sup>, 安田剛<sup>3</sup>, 武市泰男<sup>4</sup>, 米澤宏平<sup>-1</sup> 菅大暉<sup>5</sup>, 高橋嘉夫<sup>6</sup>, 吉田郵司<sup>7</sup>, 井波暢人<sup>4</sup>, 間瀬一彦<sup>4</sup>, 小野寛太<sup>4</sup> 筑波大学<sup>-1</sup>, PRESTO<sup>2</sup>, NIMS<sup>3</sup>, KEK/PF<sup>4</sup>, 広島大学<sup>5</sup>, 東京大学<sup>6</sup>, AIST<sup>7</sup>

## Molecular mixing of organic photovoltaic device as investigated by scanning transmission X-ray microscopy (STXM)

Yutaka MORITOMO<sup>1</sup>, Takeaki SAKURAI<sup>1,2</sup>, Takeshi YASUDA<sup>3</sup>, Yasuo TAKEICHI<sup>4</sup>, Kouhei YONEZAWA<sup>1</sup> Hiroki SUGA<sup>5</sup>, Yoshio TAKAHASHI<sup>6</sup>, Yuji YOSHIDA<sup>7</sup>, Nobuhiko INAMI<sup>4</sup>, Kazuhiko MASE<sup>4</sup>, Kanta ONO<sup>4</sup> <sup>1</sup>Univ. of Tsukuba, <sup>2</sup>PRESTO, <sup>3</sup>NIMS, <sup>4</sup>KEK/PF, <sup>5</sup>Hiroshima Univ., <sup>6</sup>Univ. of Tokyo, <sup>7</sup>AIST

### Abstract

軟X線顕微鏡(Scanning Transition X-ray microscope: STXM)は、各元素の吸収端スペクトルの形状より結合状態・電子 状態の空間分布を可視化できる官能基顕微鏡である。我々はBL-13Aに建設された Compact-STXM を利用して,エネルギー 変換効率(PCE)を最適化した有機薄膜太陽電池の活性層(F8T2/PC<sub>71</sub>BM 混合膜)の各ドメインの内部構造を評価した。 その結果, fullerene -rich ドメインのフラーレン重量分率は 71%, fullerene-poor ドメインの分率は 33% であることが分かっ た。我々は、このドメイン内分子混合に有機薄膜太陽電池の高い電荷分離効率の秘密が隠れている、と考えている。

### 1. はじめに – 何が分かって何が分からないのか –

有機薄膜太陽電池は高いエネルギー変換効率(>10%) を示し、また、ロールツーローツ等の製造が可能であるた め、次世代太陽電池として期待されている。有機薄膜太陽 電池の標準的な素子構造は、アルミ集電極とインジウム錫 酸化物(ITO)で活性層を挟み込んだ構造をとる。透明電 極である ITO 側から光を照射し、光エネルギーを電気エ ネルギー(電流)に変換する。この時、集電極から回収さ れる電子の数を吸収された光子数で割ったものを内部量 子効率と呼ぶ。実デバイスにおける内部量子効率は、0.9-1.0 に達している。有機薄膜太陽電池の活性層は、ドナー 性の高分子とアクセプター性のフラーレン誘導体から構成 されている。この活性層は, 主に, 活物質を有機溶媒に溶 解/スピンコートし,熱処理によって相分離の程度を最適 化し、形成される。このようにして作られた活性層はバル クヘテロジャンクション (BHJ) と呼ばれており、ドナー 高分子とアクセプター分子がナノレベルでヘテロ接合を形 成している、と考えられている。

しかしながら,『ドナー高分子とアクセプター分子のナ ノレベルでヘテロ接合』に対する evidence は乏しい。ナ ノドメイン構造自体は,電子顕微鏡 [1] で確認されている。 しかしながら,ドメインの内部構造に関しては,研究者に よって意見が分かれる。Ade のグループ [2] は,軟X線顕 微鏡等で各ドメインの内部構造を系統的に研究してきた。 その結果,多くの活性層のドナー領域において,かなりの フラーレン誘導体の混合が観測されている。ここで注意し なければならないことは、エネルギー変換効率(PCE)を 最適化した活性層のドメインサイズ(<10 nm)は小さす ぎて空間分解できない、ことである。このため、彼らの研 究ではドメインサイズを大きくするために高温アニール処 理をおこなっている。したがって、PCEを最適化された ドメインの内部構造は明らかにされていない。もちろん、 ドメインの内部構造と内部量子効率との相関も明らかにな っていない。

他方,光物性的見地からは、1に近い内部量子効率の理 由も未解明のままである。一般に、有機半導体では屈折率 が低いため、光誘起された電子とホールはクーロンポテ ンシャルで強く束縛され励起子を形成している。この励 起子の束縛エネルギーは 0.3 eV 程度であり,室温の熱エ ネルギーよりはるかに高い。さて,励起子から電子-正孔 ペアへの変換は、ドナー励起子がドナー / アクセプター界 面に移動➡電子がアクセプター側に移動➡電子が界面から 離脱、といったプロセスを経ると考えられている。最後の プロセスでは、電子は余剰エネルギー [Δ=(電荷ペアのエ ネルギー)-(励起子エレルギー)]を利用してクーロン束 縛を断ち切る、という考え方が主流である。この描像の evidence は、電荷生成効率と∆との間に正の相関があるこ と[3] である。最近,守友ら[4] は電荷生成効率の絶対値 を決定する方法を提案した。そして、有機薄膜太陽電池の 電荷生成効率が 300 K と 80 K でほぼ一致していることを 見出した。この結果は、電荷分離プロセスは量子力学的な 波束の運動として捕らえるべきであること(原子位置変移

を伴ったマーカス理論で理解すべきでないこと)を示して いる。しかしながら,実験的に得られている高い電荷生成 効率 (~1) は定量的には理解することは困難である。中山 らは,一次元モデルで波束の運動をシミュレートし,ドナ ー/アクセプター界面における電荷生成効率を評価した。 電子と正孔のクーロン束縛を取り込んだ場合,電荷生成効 率は最大でも 0.5 を超えることはない。

### 2. 軟X線顕微鏡とは

軟 X 線 顕 微 鏡 (Scanning Transition X-ray microscope: STXM)は、文字通り、軟 X線領域の走査型透過顕微鏡 である。フォトンファクトリーの BL-13A に Compact-STXM[5]が建設され、S 型課題(2013S2-003 「走査型透 過 X線顕微鏡(STXM)を用いたサステナブル科学の推 進」代表:高橋 嘉夫)として測定が始まっている。この Compact-STXM の最大の特徴は、試料走査機構にピエゾ素 子を採用し、装置自体を小型・軽量化した点にある。除振 台の上にちょこんと置かれた Compact-STXM は、筆者の 持っていた軟X線装置という概念を破壊するに充分な小さ さであった。

さて、軟X線顕微鏡の最大の特徴は、各元素の吸収端ス ペクトルの形状より結合状態・電子状態の空間分布を可視 化できること、である。炭素は、生物系や有機系材料の主 要元素であり、かつ、さまざまな結合形態を示す元素で ある。したがって、炭素K吸収端付近のX線を利用すれ ば、STXMを官能基顕微鏡と捉えることが出来る。つまり、 STXMは-COOH、-CH<sub>3</sub>、等の空間分布を可視化できるの である。もちろん、STXMは高分子とフラーレン誘導体の 空間分布を可視化できる。そこで、我々は、STXMを利用 して、有機薄膜太陽電池の活性層の各ドメインの内部構造 を解明することにした。

### 3. 結果と考察

### 3-1. 試料の選択

アメリカの Ade のグループは APS の軟X線顕微鏡を駆 使して, 有機薄膜太陽電池の活性層の各ドメインの内部構 造を系統的に調べ、活性層のドナー領域にかなりのフラー レン誘導体が混入していることを明らかしていた。この分 野の研究では、APS が突出しており、ESRF を含め、他の 追従を許さない状況であった。彼らの研究の唯一の弱点は, エネルギー変換効率を最適化した活性層のドメインの内部 構造を見ていない点である。こういった世界情勢の中,我々 は、(1)PCEを最適化されたドメインの内部構造を解明す ること、そして、(2)ドメインの内部構造と内部量子効率 との相関を実験的に明らかにすること、を短期目標に掲げ、 2013年の10月より、フォトンファクトリーで有機薄膜太 陽電池の活性層の測定を開始した。装置改良と測定を並行 し,翌年2月で原著論文に耐えうるデータを取得[6]し, 目的の前半を達成した。後半に関しては鋭意進行中であり, 別の機会で報告したい。

さて、『PCE を最適化されたドメインの内部構造を解明』

するには、最適化された活性層のドメインサイズが大きく (>10 nm)なければならない。我々は、そんな都合のよい試料を持っていた!液晶性を有する半導体高分子 F8T2 [poly(9,9-dioctylfluorene-cobithiophene]と PC<sub>71</sub>BM[[6,6]phenyl C71-butyric acid methyl ester]分子から形成される混 合膜は、200°C以下でアニールしても周期的なナノ構造 を維持 [7] する。PCE は、アニール温度 (T<sub>an</sub>)ともに系統 的に変化する。PEC は、T<sub>an</sub>=80°C で最大(=2.28%)にな り、T<sub>an</sub>=150°C で 1.40% まで低下する。さらに、T<sub>an</sub>=240 °C では、純粋な F8T2 領域と純粋な PC<sub>71</sub>BM 領域に分離す る。我々は、研究の第一歩として、PCE を最適化した混 合膜(T<sub>an</sub>=80°C)の各ドメインの内部構造を調べた。実験 データの解析では、同時に測定した完全相分離した混合膜 (T<sub>an</sub>=240°C)の炭素 K 吸収端スペクトルを用いた。

### 3-2. 炭素 K 端における吸収像

Fig. 1(a)-(d) に, 完全相分離した混合膜 ( $T_{an}$ =240°C) の炭素 K 吸収端付近における軟 X 線吸収像を示す。 (a)282.0 eV や (c)290 eV では像は観測されないが, (b)284.6 eV や (d)300 eV では顕著な明暗が観測される。こ の明暗は, PC<sub>71</sub>BM 分子と F8T2 高分子の吸収スペクトル の違いによるものである。Fig. 1(e) に, PC<sub>71</sub>BM 分子 (赤) と F8T2 高分子 (青)の吸収スペクトルを示す。PC<sub>71</sub>BM 分子では, 284.6 eV, 285.5 eV, 286.7 eV に鋭い吸収帯が観 測される。X線のエネルギーをフラーレン誘導体特有の吸 収帯 (= 284.6 eV) に合わせることにより, フラーレンの 濃度の空間分布を可視化 [Fig. 1(b)] できる。この膜は完全 分離しているので,明るい領域は PC<sub>71</sub>BM に,暗い領域は F8T2 に対応する。

Fig. 2(a) に, 40℃ でアニールした混合膜の軟 X 線透過



Figure 1 (a)–(d) STXM images of F8T2/PC<sub>71</sub>BM blend film annealed at 240°C at (a) 282.0, (b) 284.6, (c) 290.0, and (d) 300.0 eV. The brightness represents the absorbance at the respective photon energies. (e) Carbon K-edge absorption spectra in the bright and dark regions of (b).



1µm

Figure 2 STXM images of  $F8T2/PC_{71}BM$  blend film annealed at (a) 40°C and (b) at 150°C at 284.4 eV The brightness represents the transmission.

像を示す。X線のエネルギーはフラーレン誘導体特有の吸 収帯(=284.4 eV)に合わせてある。暗い領域は PC<sub>71</sub>BM 重量分率が高く,明るい領域は PC<sub>71</sub>BM 重量分率が低い。 Fig. 2(b)は,150°C でアニールした混合膜の軟X線透過像 を示す。アニール温度が 100 度も異なるにも関わらずドメ インサイズ・分布に大きな差がないこと,に注目して欲し い。つまり,この物質系のアニール温度による PEC の違 いは,ドメインサイズではなく,ドメインの内部構造に起 因するのである。

### 3-3.スペクトル分解による分子混合比の決定

Fig. 3(a) の白丸は, PCE を最適化した混合膜 (T<sub>an</sub>=80°C) の PC<sub>71</sub>BM 重量分率が高い領域(以後, fullerene-rich ドメ イン)の炭素 K 吸収端スペクトルの例を示す。フラーレ ン誘導体特有の三本の吸収帯が明瞭に観測される。Fig. 3(b)の白丸は, PC<sub>71</sub>BM 重量分率が低い領域(fullerene-poor ドメイン)の炭素 K 吸収端スペクトルの例である。フラ ーレン誘導体特有の三本の吸収帯が消失している。

各ドメインのフラーレン重量分率を評価するため,実験 的に得られたスペクトル ( $\phi_{exp}$ )を PC<sub>71</sub>BM 分子および F8T2 高分子の吸収スペクトルに分解した。まず,線形結合スペ クトル ( $\phi_{eal} = C_A \phi_A + C_D \phi_D$ )を定義した。ここで, $\phi_A$ および  $\phi_D$ は,それぞれ, PC<sub>71</sub>BM 分子および F8T2 高分子の吸収 スペクトル [Fig. 1(e)参照]である。そして,評価関数

 $F(C_A, C_D) = \Sigma \phi_{exp} (\phi_{exp} - \phi_{cal})^2$ 

が最小になるように係数  $C_A \ge C_D$ を決めた。異なった位置の 10 のスペクトルに対して係数を決定し、平均値を評価した。その結果、fullerene-rich ドメインでは  $C_A$ =0.65/ $C_D$ =0.23、fullerene-poor ドメインでは  $C_A$ =0.36/ $C_D$ =0.64 が得られた。PC71BM 分子および F8T2 高分子の密度は、それぞれ、1.25g/cm<sup>3</sup> および 1.12g/cm<sup>3</sup> であことを考慮すると、fullerene-rich ドメインのフラーレン重量分率は 71%、fullerene-poor ドメインの分率は 33% となる。

このように, PCE を最適化した混合膜では,両ドメインでかなりの分子混合が観測された。他方, Ade のグループは,活性層のドナー領域ではフラーレンが混入している



**Figure 3** (a) Carbon K-edge spectra (open circles) of the fullerene-rich region of F8T2/PC<sub>71</sub>BM blend film with  $\phi_{cal} = CA \phi_A + CD \phi_D$ .  $\phi_A$  and  $\phi_D$  are the absorption spectra of PC<sub>71</sub>BM and F8T2, respectively. (b) Carbon K-edge spectra of the fullerene-poor region of F8T2/PC<sub>71</sub>BM blend film with  $\phi_{cal}$ .

ものの,アクセプター領域では高分子の混入はないと報告 している。これは,我々の混合膜が低温で熱処理されたも のであり,高温で熱処理された混合膜に比べて相分離が抑 制されているため,と考えられる。大切なことは,エネル ギー変換効率が最適化された混合膜では両ドメインでかな りの分子混合が観測される,ということである。

### 4. おわりに

「fullerene-rich ドメインの分率は 71%, fullerene-poor ド メインの分率は 33%」という結果に先入観を排除して向 き合うと,教科書に書かれている『ドナー高分子とアクセ プター分子のナノレベルでヘテロ接合』という描像は正し いのか疑問に思えてしまう。筆者には,この分子混合の問 題と理論的に説明の困難な高い電荷生成効率の問題とが, 表と裏の関係にあるように思える。はっきりと言えること は,STXM 等による有機薄膜太陽電池の活性層の研究が, 電荷分離機構解明の鍵となるデータを提供するであろう, ということである。

### 引用文献

- L. F. Drummy, R. J. Davis, D. L. Moore, M. Durstock, R. A. Vaia, J. W. P. Hsu, Chem. Mater. 23, 907 (2011).
- [2] B. A. Collins, Z. Li, J. R. Tumbleston, R. Gann, C. R. McNeill, and H.Ade, Adv. Energy Mater. 3, 65 (2013).
- [3] S. D. Dimitrov and J. R. Durrant, Chem, Matrer. 26, 616 (2013).
- [4] Y. Moritomo, K. Yonezawa, and T. Yasuda, Appl. Phys. Lett. 105, 073902 (2014)
- [5] Y. Takeichi, N. Inami, H. Suga, K. Ono, and Y. Takahashi, Chem. Lett. 43, 373 (2014).
- [6] Y. Moritomo, T. Sakurai, T. Yasuda, Y. Takeichi, K. Yonezawa, H. Kamioka, H. Suga, Y. Takahashi, Y. Yoshida, N. Inami, K. Mase, and K. Ono, Appl. Phys. Express 7, 052302 (2014).
- [7] T. Yasuda, K. Yonezawa, M. Ito, H. Kamioka, L. Han, and Y. Moritomo, J. Photopolym. Sci. Technol. 25, 271 (2012).

(原稿受付日:2014年8月26日)

### 著者紹介

守友 浩 Yutaka MORITOMO 筑波大学数理物質系 教授 〒 305-8571 茨城県つくば市天王台 1-1-1 TEL: 029-853-7787 e-mail: moritomo.yutaka.gf@.u.tsukuba.ac.jp 略歴: 1992 年東京大学理学研究科物理学専攻博士課程 終了, 1996 年名古屋大学理工科学研究センター助教授, 2005 年筑波大学数理物質化学研究科教授。博士(理学)。 最近の研究:ナトリウムイオン電池,有機薄膜太陽電池, イオン貯蔵, エネルギー・環境分野の学理構築。

櫻井岳暁 Takeaki SAKURAI 筑波大学数理物質系 准教授 e-mail: sakurai@bk.tsukuba.ac.jp

安田剛 Takeshi YASUDA 物質・材料研究機構 太陽光発電材料ユニット 主任研究員 e-mail: YASUDA.Takeshi@nims.go.jp 武市泰男 Yasuo TAKEICHI 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 助教 e-mail: yasuo.takeichi@kek.jp

米澤宏平 Kouhei YONEZAWA筑波大学数理物質科学研究科 博士課程在学e-mail: s1330098@u.tsukuba.ac.jp

菅大暉 Hiroki SUGA 広島大学大学院理学研究科 修士課程在学 e-mail: hiro-suga@hiroshima-u.ac.jp

高橋嘉夫 Yoshio TAKAHASHI 東京大学大学院理学系研究科 教授 e-mail: ytakaha@eps.s.u-tokyo.ac.jp

吉田郵司 Yuji YOSHIDA 産業総合研究所 環境・エネルギー分野研究企画室・研究 企画室長 e-mail: yuji.yoshida@aist.go.jp

井波暢人 Nobuhiko INAMI高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所特任助教e-mail: nobuhito,inami@kek.jp

間瀬一彦 Kazuhiko MASE 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 准教授 e-mail: mase@post.kek.jp

小野寛太 Kanta ONO 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 准教授 e-mail: kanta.ono@kek.jp

# 最近の研究から

# セシウムの層状ケイ酸塩への吸着に及ぼす天然有機物の影響

高橋嘉夫<sup>1-3</sup>, 菅大暉<sup>2</sup>, 武市泰男<sup>3</sup>, ファンチャオフイ<sup>1</sup>, 田中万也<sup>4</sup>, 坂口綾<sup>5</sup>, 宮本千尋<sup>6</sup>, 井波暢人<sup>3</sup>, 間瀬一彦<sup>3</sup>, 小野寛太<sup>3</sup>

<sup>1</sup>東京大学大学院理学系研究科地球惑星科学専攻,<sup>2</sup>広島大学大学院理学研究科地球惑星システム学専攻, <sup>3</sup>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,<sup>4</sup>広島大学サステナブル・ディベロップメント実 践研究センター,<sup>5</sup>筑波大学アイソトープ環境動態研究センター,<sup>6</sup>広島大学理学部地球惑星システム学科

### Influence of Natural Organic Matter on the Adsorption of Cesium into Phyllosilicate Minerals

Yoshio TAKAHASHI<sup>1-3</sup>, Hiroki SUGA<sup>2</sup>, Yasuo TAKEICHI<sup>3</sup>, Qiaohui FAN<sup>1</sup>, Kazuya TANAKA<sup>4</sup>, Aya SAKAGUCHI<sup>5</sup>, Chihiro MIYAMOTO<sup>6</sup>, Nobuto INAMI<sup>3</sup>, Kazuhiko MASE<sup>3</sup>, Kanta ONO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Earth and Planetary Science, Graduate School of Science, The University of Tokyo, <sup>2</sup>Department of Earth and Planetary Systems Science, Graduate School of Science, Hiroshima University, <sup>3</sup>Photon Factory, Institute of Materials Structure Science, KEK, <sup>4</sup>The Institute for Sustainable Sciences and Development, Hiroshima University, <sup>5</sup>Center for Research in Isotopes and Environmental Dynamics, University of Tsukuba, <sup>6</sup>Department of Earth and Planetary Systems Science, Faculty of Science, Hiroshima University

### Abstract

福島原発から環境中に放出された放射性セシウム(Cs)は、主に水圏を介して移行している。この過程において、土壌 や河川・海洋中の固相への吸着が放射性Csの水溶解性や生態系への移行のし易さを支配する。特にCsは層状ケイ酸塩に 対して特異的に高い親和性を示す一方で、腐植物質などの天然有機物にはその吸着を阻害する効果がある。放射光を用い た XAFS 法や STXM 法は、こうした水圏でのCsの挙動を支配する化学的素過程を調べる上で不可欠なツールである。

### 1. はじめに

2011 年 3 月 11 日の東北地方太平洋沖地震に伴って生じ た東京電力福島第一原子力発電所(以後,福島原発と略) の事故によって,大量の放射性物質が主に大気経由で放出・ 輸送され,重大な環境汚染を引き起こした。今回の事故で 放出された放射性核種は主に放射性セシウムと放射性ヨウ 素である。その初期的な放出量や放出・拡散過程,そして 陸域や海洋に沈着した放射性物質の二次的な移行過程につ いて多くの研究が進められている[1-2]。このうち二次的 な移行については,例えば文部科学省が行った陸域の航空 機観測では,放射性セシウムの物理的減衰に伴う空間線量 率の減少を超える空間線量率の減少が観測され,降雨等に 伴う放射性セシウムの二次的な移行が原因と示唆されてい る。一方で,太平洋岸の河川の河口域などで空間線量率の 増加が認められ,これも高濃度域からの放射性セシウムの 再移動が原因とみられている[1-2]。

これらの放射性核種の環境中での挙動は、突き詰めれば 原子・分子レベルの化学種や化学的素過程に左右されてお り、その把握なしに今回の事故による放射性核種の移行挙 動の正しい理解や将来予測はできない。地球化学は、地球 で起きている現象を化学的に理解しようとする学問であ り、こうした問題に直結する科学である。そして、元素の 挙動に関する物理化学的情報を得る上では、放射光を用い たX線分光法による化学素過程の解析が不可欠である。本 稿ではこうした観点から,水圏での放射性セシウムの挙 動を支配する層状ケイ酸塩への放射性セシウムの吸着や それに対する天然有機物の影響について,我々が Photon Factory で行っている研究を紹介したい。

# 2. 放射性セシウムの層状ケイ酸塩への吸着: Cs L<sub>III</sub> 吸収 端 EXAFS

主にエアロゾルとして大気中を拡散した放射性セシウム (<sup>134</sup>Cs および<sup>137</sup>Cs)には、放射性セシウムを高濃度に濃縮 した粒子が存在することが分かっている [3]。この粒子の 放射性セシウムは水に溶けにくいと考えられているが、一 方で事故当時に採取されたエアロゾルフィルターに捕集さ れた放射性セシウムは、その 50-90% が水溶性であること が分かっている [4]。そのため、放射性セシウムを含むエ アロゾルが地面に乾性沈着した場合、降雨などがあれば放 射性セシウムの多くが水に一旦溶けたことが示唆される。 あるいは湿性沈着では、その雨や雪の粒の中で放射性セシ ウムが一旦溶けたことが示唆される。

では土壌表面で溶けた放射性セシウムは、その後どのように挙動するだろうか。これについても、福島(川俣町山 木屋地区)で採取した風化花崗岩の薄片上の放射性セシウ ムの分布をみてみると、放射性セシウムは土壌中に不均一



Figure 1 Vertical profiles of Cs-137 in gray lowland soil in Koriyama City in Fukushima collected on April 13, 2011 [6].

に分布していることが分かっている [4]。これらは, 主に 風化した黒雲母などの層状ケイ酸塩に吸着して存在して おり [5],その粒子は細粒で風化花崗岩中に広く分布する。 従って,放射性セシウムは沈着した後に,(水が存在すれば) その場で層状ケイ酸塩に強く吸着され、それ以上は動かな くなると考えられる。放射性セシウムが土壌中で殆ど動か ない、つまり殆ど水に溶けないことは、土壌中の鉛直分布 からも明らかである。郡山市で 2011 年 4 月 13 日に採取さ れた土壌中の深度プロファイル (Fig. 1) [6] を見ても分か る通り、放射性セシウムはその 90%以上が表層 5 cm 以内 に存在しており、その傾向は梅雨などの多雨な時期を経て も変化しなかったことが分かっている [7]。放射性セシウ ムは大気から土壌に沈着するので、この分布は放射性セシ ウムが土壌中で水に溶けず、動かない化学形態をとること を示しており、これは層状ケイ酸塩に対する放射性セシウ ムの吸着特性によると考えられる。セシウムはアルカリ金 属であり、環境中では水に溶け易い1価の陽イオンとして 存在する。しかしセシウムは、層状ケイ酸塩(雲母や2: 1型粘土鉱物)に特異的に安定に結合することが知られて いる。これら層状ケイ酸塩は、ケイ素やアルミニウムの酸 化物が2次元に広がった層が積み重なった構造を持ち,層 と層の間の隙間(層間)にセシウムイオンは安定に取り込 まれる。この安定化にはセシウムイオンの大きなサイズが 影響している。セシウムは水に溶けている場合,8個の水 分子と酸素を介して結合するが、大きなイオンであるため この水和が弱い。一方セシウムイオンのような大きな陽イ オンは、層状ケイ酸塩のケイ酸塩4面体シートが層間に作 る六員環にサイズ的にフィットする。このような場合, セ シウムはケイ酸塩4面体シートと直接結合を持つため(内 圏錯体; Fig. 2), 水和状態より安定で, セシウムイオンの 特異的な吸着が起きる。

このような内圏錯体の生成の有無を調べるために,福島 で採取した土壌や河川堆積物試料にセシウム(安定同位体)



Figure 2 Schematic figures of inner-sphere complex of Cs<sup>+</sup> (a) and outer-sphere complex of Ca<sup>2+</sup> (b) in the interlayer of vermiculite.



Figure 3 Radial structural function (RSF; phase shift uncorrected) of cesium  $L_{III}$ -edge EXAFS spectra of hydrated Cs ion in water (a) and Cs adsorbed on vermiculite (b), on soil in Fukushima (c), and on sediment in Fukushima (d). Solid lines are spectra obtained by experiments and dotted lines are fitted spectra by curve-fitting analysis [8-9].

を添加し、そのセシウム周囲の構造をX線吸収微細構造法 (EXAFS法)で調べた(Fig. 3) [8,9]。この測定は, Photon Factoryの BL-9A あるいは BL-12C で行った。EXAFS から 得られる Cs の動径構造関数には、2 つのピークがみられ る。このうち短距離側のピークAは、最近接の酸素とセ シウムの結合と考えられる。一方,長距離側のピークBは, 水和イオンでは現れず、層状ケイ酸塩と内圏錯体を形成し た場合に顕著になる[10]。フィッティングの結果、このピ ークは層状ケイ酸塩中の酸素およびケイ素に由来するピー クであることが分かる。もしセシウムが、水和したまま層 状ケイ酸塩の層間に取り込まれるとしたら、このピークB の寄与は見られないはずである。もちろんこれらの構造情 報は、試料に添加した安定同位体のセシウムに対して得ら れたものであるが、モル濃度がはるかに低い放射性セシウ ムでも,同様の構造かむしろより安定な構造を示す可能性 が高い。そのため、内圏錯体由来のピークBと水和イオ ン由来のピークAの比は、その土壌のセシウム固定能を 反映していると考えられる。

# 3. 放射性セシウムの層状ケイ酸塩への吸着に及ぼす有機物の影響:STXMの有用性

こうして土壌表層に固定された放射性セシウムは,浸食 をうけて河川に流入し海洋に運ばれる。河川水を様々な孔 径のメンブランフィルターでろ過をし,水に残った放射性 セシウムを定量すると,大よそ 70%以上の放射性セシウ ムが 0.45 μm 以上の画分に分配された [11]。つまり福島に おいて放射性セシウムは,河川水中の微小な懸濁粒子に吸 着されたまま移動していることが示唆される。

一方, 1986年のチェルノブイリ原発事故の際に下流の プリピャチ川を流れた放射性セシウムは, 70%以上が溶 存態であり福島とは異なる傾向を示した [12]。この地域の 周辺は泥炭地であり, プリピャチ川に含まれる溶存有機 物濃度は 20 mg/L 程度と,福島の阿武隈川などのおおよそ 5~10倍以上であった。このような場合,分子量の大き な溶存有機物が懸濁粒子に吸着し,放射性セシウムの吸着 を阻害する可能性がある [13]。

そこで本研究では、まず室内のモデル実験として、セシ ウムを安定に吸着する代表的な層状ケイ酸塩であるバーミ キュライトを水に懸濁させてセシウムを添加する二元系の 実験に加えて、天然有機物の主成分と考えられる腐植物質 (ここではフミン酸)をその系に添加し、腐植物質の存在 下でセシウムの吸着挙動がどのように変わるかを調べた。 その結果、セシウム - 層状ケイ酸塩系でフミン酸が存在し ない場合に比べると、層状ケイ酸塩にフミン酸添加後にセ シウムを加えた三元系では、セシウムの吸着率が減少した。 これは、層状ケイ酸塩層間へのセシウムの侵入がフミン酸 によって阻害されたためと解釈できる。セシウム L<sub>III</sub> 吸収 端 EXAFS を調べた結果、三元系ではピーク B の強度がピ ーク A に比べて相対的に減少した。これは、フミン酸が 層状ケイ酸塩をコーティングしたために、層間中で内圏錯 体を形成するセシウムの割合が相対的に減少したことを示



Figure 4 RSF of cesium  $L_{IIL}$ edge EXAFS for cesium adsorbed on vermiculate (a), particulate matters collected from Pripyat River before (b) and after (c) the removal of organic matter. The RSF for hydrated cesium ion (d) was also shown [9,15].

す (Fig. 4) [9,15]。

このような腐植物質によるセシウム吸着の阻害効果は, プリピャチ川で懸濁粒子へのセシウムの吸着が弱いことの 原因と考えられた。そこで、プリピャチ川で採取された懸 濁粒子にセシウムを添加して、Lm吸収端 EXAFS を測定 した。またプリピャチ川の懸濁粒子から過酸化水素で有機 物を除去後にセシウムを吸着させた試料も準備した。その 結果、有機物が存在した場合には外圏錯体が優勢であった が、有機物除去試料では内圏錯体の割合が増加した。これ は腐植物質などの天然有機物が懸濁粒子中に存在すること で、プリピャチ川の懸濁粒子に対するセシウムの内圏錯体 の生成が阻害されることを示している。放射性セシウムは, こうした有機 - 無機複合体である懸濁粒子が天然で生成し た後に人為的に系に加わったと考えられ、この阻害効果の 影響を受ける。従って、プリピャチ川において溶存放射性 セシウム濃度が高い原因として、放射性セシウムの吸着に 対する有機物の阻害効果が考えられる。

このような有機 - 無機複合体が実際に存在することを確 かめるために, 有機炭素の検出およびそのキャラクタリ ゼーションに有効な STXM (Scanning Transmission X-ray Microscopy)を用いた。この方法は、ゾーンプレートによ る集光で得た 50 nm 程度のX線を試料に照射し、透過X線 を検出しながら試料を2次元的に走査することで、50 nm 程度の試料の透過マッピング像を得るという手法である。 対象とする元素の吸収端前後でマッピング像を得て差をと ることで特定の元素のマッピング像が得られ、またその 像の中で興味あるポイントについて XAFS を得ることで, その元素の化学種を知ることができる。特に現在我々が進 めている PF-S2 課題では,武市・小野らが中心となり独 自の設計に基づくコンパクトな STXM (cSTXM) を組み 立て, 主に PF の BL-13 で運用している [14]。cSTXM は, 市販品と変わらぬ性能を発揮しており、また光学素子の炭 素汚染を除去できるシステムを備えている BL-13 の特徴 も相まって,種々の試料の炭素の分布と局所化学種分析(官 能基別マッピング)に cSTXM は大いに活躍している [15-17]。

そのひとつの応用として,プリピャチ川で採取された懸 濁粒子を cSTXM で分析することで得た炭素,アルミニウ ム,カリウムの分布を Fig. 5 に示した。その結果,層状ケ イ酸塩に多く含まれるアルミニウムやカリウムを取り囲む ように炭素が存在していることが分かる [15]。またこの炭 素の K 端 XANES を測定したところ,腐植物質とほぼ同 様のスペクトルを示した。比較として示したフミン酸のス ペクトルと比べると,プリピヤッチ川の試料では 287 eV 付近のピークが相対的に弱かった。これはフェノール基に 含まれる炭素のピークであり,この寄与が小さいものは腐 植物質のうち,フミン酸よりも水に溶け易いフルボ酸とい う成分のスペクトルに類似している。いずれにしてもこれ らの結果は,プリピャチ川中の懸濁粒子は,層状ケイ酸塩 である無機の微細粒子を腐植物質という有機物が覆ってい る形態を示し,その結果放射性セシウムの吸着が阻害され



Figure 5 (a) SEM (secondary electron) image of particulate matters collected from the Pripyat River; (b) Color-coded chemical composite map, derived from cSTXM images (blue: C; red: Al) in the squared area of (a); (c) Carbon K-edge XANES spectrum in the area designated by yellow broken line in (b) and that of humid acid (the Suwanee River Humic Acid) as a reference material [15].

ていると解釈できる。

### 4. まとめ

放射性セシウムが水溶性であるか懸濁態などの固相に分 配され易いかという固液分配の理解は、プランクトンによ る取込みを起点とする生態系への放射性セシウムの移行 や,放射性セシウムの河川 - 河口 - 海洋系での移行挙動の 把握などにおいて極めて重要な問題である。特に水圏にお ける懸濁粒子など、セシウムのホスト相となる物質は、無 機物と有機物が混合した複雑な形態を示している。このよ うな媒体に対するセシウムの吸着種の把握や、その吸着挙 動に大きな影響を与える無機物と有機物の相互作用の解明 には、放射光を用いたX線分光法が不可欠である。特に EXAFS による局所構造解明や STXM による有機物のキャ ラクタリゼーションは、X線分光によってのみ得られる情 報である。これらを駆使することで、放射性セシウムの移 行挙動や固液分配挙動に対する理解が深まり、今後の福島 原発事故による環境汚染のよりよい解決に貢献することが 期待される。

また本研究で扱った有機 - 無機複合体や有機物は環境中 に普遍的に存在する物質であるが,電子顕微鏡を用いた場 合,電子線によるダメージがあるため,このような有機物 の局所分析はこれまで困難であった。一方 STXM は,こ のような有機物の特徴を局所的に調べられる殆ど唯一の手 段であり,地球惑星化学・環境化学のみならず,微生物学 や磁性材料科学,有機材料科学,高分子科学など,多くの 分野で有効な手法である。今後日本でも STXM が様々な 分野の研究に有効に使われ,関連分野が大きく発展するこ とを大いに期待したい。

### 引用文献

- [1] N. Yoshida and Y. Takahashi, Elements 8, 201(2012).
- [2] 中島映至,大原利眞,植松光夫,恩田裕一,原発事 故環境汚染 福島第一原発事故の地球科学的側面,

東大出版会, 2014.

- [3] K. Adachi, M. Kajino, Y. Zaizen, and Y. Igarashi, Sci. Rep. 3, 2554 (2013).
- [4] K. Tanaka, A. Sakaguchi, Y. Kanai, H. Tsuruta, A. Shinohara, and Y. Takahashi, J. Radioanal. Nucl. Chem. 295, 1927 (2013).
- [5] H. Mukai, T. Hatta, H. Kitazawa, H. Yamada, T. Yaita, and T. Kogure, Environ. Sci. Technol. 48, 13053 (2014).
- [6] K. Tanaka, Y. Takahashi, A. Sakaguchi, M. Umeo, S. Hayakawa, H. Tanida, T. Saito, and Y. Kanai, Geochem. J. 46, 73 (2011).
- T. Matsunaga, J. Koarashi, M. Atarashi-Andoh, S. Nagao,
   T. Sato, and H. Nagai, Sci. Total Environ. 447, 301 (2013).
- [8] H. Qin, Y. Yokoyama, Q. Fan, H. Iwatani, K. Tanaka, A. Sakaguchi, Y. Kanai, J. Zhu, Y. Onda, and Y. Takahashi, Geochem. J. 46, 297 (2012).
- [9] Q.H. Fan, M. Tanaka, K. Tanaka, A. Sakaguchi, and Y. Takahashi, Geochim. Cosmochim. Acta 135, 49 (2014).
- [10] B. C. Bostick, M. A. Vairavamurthy, K. G. Karthikeyan, and J. Chorover, Environ. Sci. Technol. 36, 2670 (2002).
- [11] A. Sakaguchi, K. Tanaka, H. Iwatani, H. Chiga, Q. Fan, Y. Onda, and Y. Takahashi, J. Environ. Radioactivity 139, 379 (2015).
- [12] U. Sansone, M. Belli, O. V. Voitesekovitch, and V.V. Kanivets, Sci. Total. Environ. 186, 257 (1996).
- [13] Y. Takahashi, Y. Minai, S. Ambe, Y. Makide, and F. Ambe, Geochim. Cosmochim. Acta 63, 815 (1999).
- [14] Y. Takeichi, N. Inami, H. Suga, K. Ono, and Y. Takahashi, Chem. Lett. 43, 373 (2014).
- [15] H. Suga, Q. Fan, Y. Takeichi, K. Tanaka, H. Kondo, V. V. Kanivets, A. Sakaguchi, K. Kato, N. Inami, K. Mase, K. Ono, and Y. Takahashi, Chem. Lett., 43, 1128 (2014).
- [16] Y. Moritomo, T. Sakurai, T. Yasuda, Y. Takeichi, K. Yonezawa, H. Kamioka, H. Suga, Y. Takahashi, Y. Yoshida, N. Inami, K. Mase, and K. Ono, Appl. Phys. Express 7, 052302 (2014).
- S. Mitsunobu, M. Zhu, Y. Takeichi, T. Ohigashi, H. Suga,
   H. Makita, M. Sakata, K. Ono, and Y. Takahashi, Chem.
   Lett. 44, 91 (2014).

(原稿受付:2015年1月20日)

### 著者紹介

高橋嘉夫 Yoshio TAKAHASHI 東京大学大学院理学系研究科 教授 〒113-0033 東京都文京区本郷 7-3-1 TEL: 03-5841-4517 FAX: 03-5841-8791 e-mail: ytakaha@eps.s.u-tokyo.ac.jp 略歴: 1992 年東京大学大学院理学系研究科博士課程終了, 1998 年広島大学助手, 2000 年広島大学助教授, 2009 年広 島大学教授, 2014 年東京大学教授。博士(理学)。 最近の研究:分子環境地球化学。

菅大暉 Hiroki SUGA 広島大学大学院理学研究科 修士課程 2 年 e-mail: hiro-suga@hiroshima-u.ac.jp

武市泰男 Yasuo TAKEICHI 高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所 助教 e-mail: yasuo.takeichi@kek.jp

ファンチャオフイ Qiaohui FAN 東京大学大学院理学系研究科 研究員 e-mail: fanqh@eps.s.u-tokyo.ac.jp

田中万也 Kazuya TANAKA 広島大学サステナブル・ディベロップメント実践研究セン ター e-mail: kt0830@hiroshima-u.ac.jp 坂口綾 Aya SAKAGUCHI 筑波大学アイソトープ環境動態研究センター e-mail: ayaskgc@ied.tsukuba.ac.jp 宮本千尋 Chihiro MIYAMOTO 広島大学理学部 学部4年 e-mail: b112008@hiroshima-u.ac.jp

井波暢人 Nobuhito INAMI高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所特任助教e-mail: nobuhito.inami@kek.jp

間瀬一彦 Kazuhiko MASE 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 准教授 e-mail: mase@post.kek.jp

小野寛太 Kanta ONO 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 准教授 e-mail: kanta.ono@kek.jp

## コンパクト STXM の開発

放射光科学第二研究系 武市泰男

### Abstract

我々は, PFの軟X線ビームラインで走査型透過X線顕微鏡 (scanning transmission X-ray microscopy: STXM) を新規開発 した。この装置は現在 PFの BL-13A に設置され, 40 nm の空間分解能での化学状態マッピングを可能にしている。この装 置の開発の経緯や特徴,性能について紹介する。

### 走查型透過 X 線顕微鏡

X線を集光するには、フレネルゾーンプレート(FZP) とオーダーソーティングアパーチャ (OSA)の組み合わせ [1],またはKirkpatrick-Baez ミラーを使う方法が一般的で ある。STXM とは、簡単に言えば集光してマッピングも 行う XAFS 実験で、軟X線領域で FZP を使うものを指す ことが多い。物質の元素だけでなく価数、官能基など豊 富な化学状態の情報が得られる NEXAFS の利点そのまま に、数十 nm の空間分解能で像が得られる。アメリカの Advanced Light Source で開発、ブラッシュアップされてき たデザイン [2] のものが Bruker 社から販売されており、世 界を席巻している。

試料を走査せず,集光でなく投影に FZP を用いる TXM (transmission X-ray microscopy) と比べた STXM の利点は, 特に局所スペクトルの取得に適していることと,試料の放 射線損傷が少ないことである。現在,世界の第三世代放射 光施設の多くに STXM あるいは TXM が導入されている。 一方,日本では最近まで軟X線 STXM はなく,立命館 SR に TXM があるのみであった。我々の開発と時を同じくし て,UVSOR で新規アンジュレータビームライン BL4U に Bruker 社の STXM が導入され,2013 年より運用を開始し ている [3]。

### STXM 開発のコンセプト

装置の詳細は文献 [4,5] をご覧いただくとして,本稿で は PF での STXM を実現するにあたって必要だったこと, という点に絞って説明する。

既存のアンジュレータビームラインに STXM を導入し ようとすると、多くの困難が生じる。STXM 専用ビームラ インでは、分光器の出射スリットを四象限スリットにして、 ここを FZP の仮想光源点とする。ところが、PF にそのよ うな仕様の既存ビームラインはない。しかも、バルクの分 光実験のために作られた PF の軟X線ビームラインから供 給される光は、周囲のポンプの振動など様々な要因で揺れ 動いている。おまけに、PF の軟X線アンジュレータビー ムラインは非常にこみあっているので、装置の設置・撤収 ができなければならない。

以上の理由から, STXM の独自開発が必要となった。ま

ず, Swiss Light Source の STXM ビームライン PolLux に ーヶ月滞在して, Bruker タイプの STXM の構造や制御系 の仕組み,実験の実際について学んだ。帰国後,新しい STXM の設計に取りかかった。設計の主要なコンセプトは ふたつ,①ピエゾ駆動ステージを使い,コンパクトなデザ インにすること,② STXM の主要部分を光学定盤に乗せ, 安定性と汎用性を両立することである。

図1に,我々のコンパクト STXM (cSTXM)の模式図 を示す。集光後置鏡の焦点に四象限スリットを置き,ここ を FZP の仮想光源点とする。FZP 以降の各素子を収めた STXM チャンバは,図2のように非常にコンパクトにデザ インした<sup>1)</sup>。チャンバの中で,FZP,OSA,試料,検出器 を動かす合計11軸の直進駆動ステージが,A4 サイズ程度 のブレッドボードに載っている。四象限スリットからチャ ンバまでを一枚の光学定盤に並べ,まとめて除振する。四







図 2 BL-13A に設置された cSTXM の外観。

象限スリットの開口は 30~50 μm 角で,後置鏡の集光サイズ(数百 μm)よりだいぶ小さい。つまりビーム強度は大きくロスするが,ここでビーム位置の振動の影響を抑えている。さらに光学定盤を動かして設置・撤収することもでき,実際に BL-13A と BL-16A で実験を行った。

試料の走査にはピエゾスキャナを使っていて,位置をレ ーザー干渉式位置センサでモニタしている。スキャナの駆 動,位置センサの読み出し,検出器からのパルスカウント の機能は field-programmable gate array (FPGA)回路で処理 され,制御 PC とは独立に高速なスキャンを実現している。 ビームライン制御側との連携も必須で,cSTXMの制御 PC から STARS を介して分光器やアンジュレータのギャップ を動かしている。

### cSTXM を使った実験

図 3 に cSTXM のテスト測定の結果を示す。試料は,集 束イオンビーム (FIB) を使って Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 上にカーボンを蒸着, エッチング加工して作製した。別途 Siemens star チャート を使って空間分解能を評価し,40 nm と見積もった。この 値は,使用した FZP の最外ゾーン幅 ( $\Delta r = 30$  nm) で決まる 回折限界 (~1.22  $\Delta r$ ) 程度で,STXM として十分な性能 を実現していることが分かる。試料位置での集光X線強度 は,Siフォトダイオードを使って10<sup>7</sup> photons/sec 程度と見 積もった。画素 1 点あたりの測定時間は 10 msec 前後で運 用しており,エネルギーを変化させて多数の画像を取得す るイメージスタック (NEXAFS マップとも言う) データ を 2 時間程度で取得できている。

我々は、「サステナブル科学」をキーワードに cSTXM を使った様々な研究を展開している。これまで、放射性セ シウムを吸着する粘土鉱物粒子と腐植有機物の相互作用 の研究 [6]、有機薄膜太陽電池の分子混合状態の観察 [7]、 微生物による鉱物溶解のメカニズムの研究 [8] などを行 った。STXM を使った研究で特に有用なのが炭素 K 端で の官能基マッピングで、上記の研究ではすべて炭素 K 端 での測定を行っている。現在 cSTXM を設置している BL-13A では、特にビームライン光学系の炭素汚染除去が重点 的に行われており [9]、炭素 K 端のスペクトルがきちんと 測定できることはとても有難い。



図3 FIB で作製したロゴマークと、その STXM 像。

### cSTXM の「立ち位置」

最後に,世界の放射光施設で展開されているX線顕微鏡 と比較した,cSTXMの立ち位置について述べておきたい。 経験から言うと,cSTXMの基本的な性能は前述のPolLux と同じくらいである。STXMの性能はFZPのパラメータ に大きく依存するが,仮に同じFZPを使ったなら同程度 の空間分解能とカウントが得られるだろう。第三世代放射 光施設の偏向電磁石ビームラインと第二世代のアンジュレ ータビームラインが同程度,と思えば感覚的には納得でき る話ではないだろうか。

回折限界の光を提供すると期待されているスウェーデン の新光源 MAX-IV でも、まず STXM を導入するという。 真空紫外/軟X線の光電子分光をよくご存知の方にはご理 解いただけると思うが、Bruker 社の STXM は、言わば VG Scienta 社の光電子分光器なのである。究極の性能を実現 するにはひと工夫必要だが、まずこれを導入しておけば多 くのユーザーの需要に対応でき、高いアクティビティが期 待できる。

回折限界の光を使った超高分解能のX線顕微鏡を開発し つつ,既存のSTXMで多くの成果をあげる世界のライバ ルと,どうやって競争すればよいのか?FIBなどの試料 加工技術と組み合わせた研究,*in-situ / in-vivo / operando*と いった試料環境の整備,二次電池に代表される電気化学デ バイスのように社会の要請に応える研究など,幅広く研究 を展開していきたいと考えている。

### 謝辞

本研究は PF の小野寛太准教授・井波暢人特任助教,広 島大院生の菅大暉氏,現東京大地球惑星の高橋嘉夫教授と の共同研究で, PF の利用課題 2013S2-003 (代表:高橋嘉夫) で行われた。PolLux の J. Raabe, B. Watts 両氏には多くの アドバイスをいただいた。また, Paul Scherrer Institute の C. David, I. Vartiainen 両氏には FZP を製作していただいた。

### (脚注)

<sup>1)</sup>Bruker 社の STXM と比べて,という意味。Web サイト (http://www.bruker-est.com/stxm.html) をご覧いただきたい。

### 参考文献

- D. Attwood, Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation: Principles and Applications, Cambridge University Press, 2007, Chap. 8.
- [2] A. L. D. Kilcoyne et al., J. Synchrotron Rad. 10 (2003) 125.
- [3] T. Ohigashi et al., J. Phys.: Conf. Ser. 463 (2013) 012006.
- [4] Y. Takeichi et al., Chem. Lett. 43 (2014) 373.
- [5] N. Inami et al., J. Phys.: Conf. Ser. 502 (2013) 012011.
- [6] H. Suga et al., Chem. Lett. 43 (2014) 1128.
- [7] Y. Moritomo et al., Appl. Phys. Express 7 (2014) 052302.
- [8] S. Mitsunobu et al., Chem. Lett. 44 (2015) 91.
- [9] A. Toyoshima et al., J. Synchrotron Rad. 19 (2012) 722.

# 電子デバイスの製造技術向上に期待 -有機半導体表面での構造変化を初観測-

平成 26 年 11 月 10 日 国立大学法人 大阪大学 国立大学法人 東京大学 独立行政法人 理化学研究所 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構

### 【概要】

大阪大学大学院基礎工学研究科若林裕助准教授を中心とす る合同研究グループ(大阪大学,東京大学,理化学研究所)は, 有機半導体表面では結晶内部と大きく異なる構造が実現して いることを初めて明らかにしました。有機半導体は安価,軽 量なデバイス素材として,有機 EL ディスプレイなどで既に 実用化されています。通常のシリコンの代わりに有機半導体 を使ってトランジスタを作った場合,有機半導体の表面近傍 数ナノメートルを電気が流れますが,このような表面付近の 狭い領域で分子がどのように並んでいるかはほとんど知られ ていませんでした。 研究グループは、大学共同利用機関法人高エネルギー加速 器研究機構(KEK)放射光科学研究施設フォトンファクトリ ー(PF)の放射光を用い、ホログラフィの考え方を用いた特 殊な解析法によって、表面付近の分子の並び方が結晶内部と 大きく異なる例を発見しました(図1)。さらに、この変化に よって電気伝導性も表面と内部で差が出ることを理論計算に よって確認しました。

今回発見されたような自発的に生じる表面構造は,自己修 復機能を持つ極薄膜が半導体表面に形成されることを示して います。利用する分子を選ぶことで,分子一層レベルで伝導 性を制御する,精密かつ安定な微細デバイス製造技術に繋が ると期待されます。

なお、本研究は、X線回折実験・解析 若林裕助准教授 (大阪大学), 試料作製 竹谷純一教授(東京大学), 理論解 析 堀田知佐准教授(東京大学)及び是常隆上級研究員(理 化学研究所)という協力体制のもと遂行され、研究成果は、 Nature Communications の 2014 年 11 月 7 日号(英国時間)に 掲載される予定です(この記事の続きは http://www.kek.jp/ja/ NewsRoom/Release/20141110100000/をご覧下さい)。



図1 テトラセン表面の電子密度分布

# 第 3 回物構研サイエンスフェスタ 第 6 回 MLF シンポジウム / 第 32 回 PF シンポジウム開催に関して

物構研サイエンスフェスタ実行委員長 清水伸隆 副委員長 川北至信

前号の PF ニュース(32-2 号)にて既にお知らせしてお りますが,2015年3月17日(火),18日(水)の日程で, 第3回物構研サイエンスフェスタをつくば国際会議場(エ ポカルつくば)で開催致します。現在,プログラム作成中 ですが,1日目は午前中に全体会場での基調講演を開催し ます。午後については,間にポスターセッションを挟みな がら,3つの会場にてトークセッションをパラレルで開催 する計画です。2日目は,昨年同様に MLF シンポと PF シ ンポをパラレルで開催します。プログラムや詳細はホーム ページをご覧下さい。

PF のユーザーグループミーティングに関しては、例年 通り前日の3月16日(月)夕方、もしくは期間中に開催 致します。日時、場所などの詳細は、ホームページの「講 演プログラム」にてご確認下さい。

- **主催**:物質構造科学研究所, J-PARC センター,総合科学 研究機構 (CROSS), PF-ユーザアソシエーション, J-PARC/MLF 利用者懇談会
- **後援:**茨城県, 東海村
- 協賛:応用物理学会,高分子学会,中性子産業利用推進協 議会,日本化学会,日本加速器学会,日本機械学会, 日本金属学会,日本結晶学会,日本原子力学会,日 本高圧力学会,日本材料学会,日本磁気学会,日本 地球惑星科学連合,日本中間子科学会,日本中性子 科学会,日本鉄鋼協会,日本表面科学会,日本物理 学会,日本放射化学会,日本放射光学会,日本陽電 子科学会
- **会期:**2015年3月17日(火)~18日(水)
- 場所:つくば国際会議場(エポカルつくば) 茨城県つくば市竹園 2-20-3

### 参加申し込み方法:

ホームページ(http://imss-festa.kek.jp/2014/)より参加申 込フォームにてお申し込み下さい(ウェブでの参加申 し込み,懇親会代事前申込は3月4日(水)まで。そ の後は当日会場にて)。

- 参加費:無料
- 懇親会:3月17日(火) 18:40~ 会場内アトリウム
   会費:事前払い5,000円(一般),3,000円(学生)
   当日払い6,000円(一般),4,000円(学生)

プログラム:

【3月17日(火)(1日目)】

物構研サイエンスフェスタ(大ホール)

08:30- 受付開始

- 09:00-09:05 物構研所長挨拶(山田和芳)
- 09:05-09:10 J-PARC センター長挨拶(池田裕二郎)
- <u>09:10-11:10 基調講演</u>
  - 09:10-10:05 「超伝導探索とX線・中性子・ミュオン― 良い素材と素晴らしい料理人―」 秋光 純(青山学院大学)
  - 10:05-10:15 休憩(10分)
  - 10:15-11:10 「「しなやかなタフポリマー」の実現に向け た分子設計・材料設計戦略」 伊藤耕三(東京大学)
- 11:10-11:20 文部科学省来賓挨拶
- 11:20-11:30 高エネルギー加速器研究機構 次期機構長挨拶
- 11:30-13:15 写真撮影/昼食
- 13:15-14:30 パラレルセッション パートI (3 会場)
- (A1) 量子ビームによる生物科学研究 I- 相関解析 -
- (会場:中会議室201)
- 13:15-13:40 「脳内アミロイドペプチド受容体 sorLA の 立体構造」

高木淳一 (大阪大学)

- 13:40-14:05 「翻訳後修飾蛋白質 PRMT の結晶―溶液構
   造相関解析をもとにした機能解明」
   藤間祥子(東京大学)
  - 膝间件丁(泉尔八子)
- 14:05-14:30 「RNA を鋳型依存的に 3' → 5' 方向へ伸長
   させる酵素の分子機構」
   姚 閔(北海道大学)
- (B1) 量子ビームによる地球・環境科学研究

(会場: 中会議室 202)

13:15-13:40 「地球上部マントルにおけるマグマの密度 と粘性の異常」

船守展正(東京大学)

13:40-14:05 「中性子回折で探る高圧氷秩序相の構造と 安定性」

### 小松一生(東京大学)

- 14:05-14:30 「地球・環境を分子レベルからみる重要性 と量子ビームの必要性」 高橋嘉夫(東京大学)
- (C1) 元素戦略プロジェクトからの成果創出

(会場:中ホール 200)

 13:15-13:40 「量子ビームを用いた構造及び磁性解析に 基づく希少元素フリー高保磁力永久磁石の 開発」
 広沢 哲(物質・材料研究機構)

14:05-14:30 「鋼の高温加工熱処理過程で生じる固相反 応の中性子その場解析」 辻 伸泰(京都大学) 14:40-17:00 ポスターセッション(多目的ホール,大会議室) 17:00-17:15 休憩(15分) 17:15-18:30 パラレルセッション パート II (3 会場) (A2) 量子ビームによる生物科学研究 II - ダイナミクスと 水和構造-(会場:中会議室201) 17:15-17:40 「ヘムタンパク質のリガンド解離過程にお ける構造ダイナミクス実時間観測」 富田文菜(KEK 物構研) 17:40-18:05 「中性子非干渉性散乱と分子シミュレーシ ョンによる生体分子のダイナミクスと水和 構造の研究| 中川 洋(原子力機構量子ビーム) 18:05-18:30 「量子ビームを用いた1分子動態計測から の機能解析」 佐々木裕次(東京大学) (B2) 量子ビームによるソフトマテリアル科学研究 (会場:中会議室 202) 17:15-17:40 「電子顕微鏡観察・小角X線散乱測定両手 法によるソフトフォトニック結晶薄膜のナ ノ構造評価 野呂篤史(名古屋大学) 17:40-18:05 「ソフトマテリアルとしてのイオン液体の 構造と物性| 西川惠子 (千葉大学) 18:05-18:30 「準弾性中性子散乱による共架橋ゴムのダ イナミクス解析 井上倫太郎 (京都大学) (C2) 量子ビームによるハードマテリアル科学研究 (会場:中ホール 200) 17:15-17:40 「高分解能 ARPES による新機能物質の探索」 佐藤宇史(東北大学) 17:40-18:05 「中性子散乱による層状ニッケル酸化物  $R_{2}$ ,  $Sr_NiO_4$  (R = La and Nd) におけるストラ イプ・チェッカーボード秩序相の研究」 池田陽一(東京大学) 18:05-18:30 「中性子小角散乱及びミュオンスピン緩和 法によるキラル磁性体の研究」 大石一城(総合科学研究機構) 18:40-20:40 懇親会(アトリウム) 【3月18日(水)(2日目)】 第 32 回 PF シンポジウム(中ホール 300) 09:00-09:05 開会の挨拶 佐藤衛 PF-UA 会長(横浜市立 大学) 09:05-10:05 施設報告 [座長:清水伸隆]

13:40-14:05 「マルチプローブを用いて見出された鉄系

山浦淳一(東京工業大学)

超伝導体における新しい磁気母相の発見」

09:05-09:35 施設報告(村上洋一) 09:35-09:45 構造生物学研究センター報告(千田俊哉) 09:45-09:55 構造物性研究センター報告(村上洋一) 09:55-10:05 低速陽電子実験施設報告(兵頭俊夫) 10:05-10:20 休憩(15分) 10:20-12:00 PF 将来計画, PF の予算, BT に関する意見 交換 [ 座長: 熊井玲児 ] 12:00-13:20 昼食(80分) 13:20-14:20 PF-UA 総会 14:20-14:35 休憩(15分) 14:35-15:35 光源・ビームライン報告 [座長:足立伸一] 14:35-14:50 「元素戦略ビームライン BL-2A の状況」 (組頭広志) 14:50-15:05 「X線ビームラインの現状および整備計画」 (五十嵐教之) 15:05-15:20 「運 PF リングと PF-AR の運転報告」 (高井良太・KEK 加速器) 15:20-15:35 「PF リングにおける挿入光源更新計画」 (土屋公央・KEK 加速器) 15:35-16:10 cERL 報告 [座長:河田 洋] 15:35-15:55 「コンパクト ERL の運転状況」 (坂中章悟・KEK 加速器) 15:55-16:10 「cERL におけるレーザー・コンプトン散乱 ビーム生成実験」 (羽島良一・原子力機構) 16:10 閉会の挨拶(村上洋一・KEK 物構研) 第6回 MLF シンポジウム(中ホール 200) 09:00-09:30 MLF 施設報告 新井正敏(原子力機構 J-PARC センター) 09:30-09:55 「1MW へ向けた水銀ターゲットシステムの取 り組み」 羽賀勝洋(原子力機構 J-PARC センター) 09:55-10:20 「斜入射偏極中性子散乱を用いた多層膜面内 磁気構造に関する研究 丸山龍治(原子力機構 J-PARC センター) 10:20-10:40 休憩(20分) 10:40-11:05 「Li-P-S 系超イオン伝導体における Li 伝導パ スの構造依存性 福永俊晴(京都大学) 11:05-12:00 ユーザーからの要望 12:00-13:20 昼食(MLF利用懇総会) 13:20-13:45 「鉄系超伝導体 Ba, K, Fe, As, の磁気励起」 堀金和正 (青山学院大学) 13:45-14:10 「希土類化合物の極低温物性の µSR による研 窑⊢ 髭本 亘(原子力機構先端基礎研究セ) 14:10-14:35 「パルス中性子イメージングブラッグエッジ解 析の文化財研究への応用」 塩田佳徳(名古屋大学) 14:35-15:00 「ANNRI における核種分析の現状」

藤暢輔(原子力機構)

15:00-15:20 休憩(20分)

- 15:20-15:45 「中性子反射率法による塗布型有機 EL 素子の有機 / 有機界面解析」
   大久 哲(山形大学)
- <u>15:45-16:10 「中性子の中性子による中性子のための生物</u> <u>溶液</u>散乱」

杉山正明(京都大学)

16:10-16:35 「中性子結晶構造解析によるフェレドキシン 依存性ビリン還元酵素基質複合体の水素化状 態可視化」

海野昌喜(茨城大学)

16:35-17:00 「その場中性子回折による LPSO 型 Mg 合金の変形機構の考察」

ゴン ウー(原子力機構 J-PARC センター)

17:00-17:25 「Multi-probe Study on Charge Transport Transitions of PrBaCo<sub>2</sub>O<sub>5.5+x</sub>」 Ping Miao(KEK 物構研)

17:25-17:40 閉会

## 第3回物構研サイエンスフェスタ実行委員:

池田一貴(中性子利用(KEK)),大石一城(CROSS/ MLF利用者懇談会),小野寛太(PF),帯名崇(加速器七), 蒲沢和也(CROSS),○川北至信(JAEA),佐賀山基(PF), 清水敏之(東大薬/PF-UA),◎清水伸隆(PF),鈴木淳 市(CROSS),ストラッサー・パトリック(ミュオン), 武市泰男(PF),富田文菜(PF),服部高典(中性子利用 (JAEA)),森 丈晴(PF) (◎委員長,○副委員長,50音順,敬称略)

# 平成 27 年度後期 フォトン・ファクトリー研究会の募集

放射光科学研究施設長 村上 洋一

物質構造科学研究所放射光科学研究施設(フォトン・フ ァクトリー)では放射光科学の研究推進のため,研究会の 提案を全国の研究者から公募しています。この研究会は放 射光科学及びその関連分野の研究の中から,重要な特定の テーマについて1~2日間,高エネルギー加速器研究機構 のキャンパスで集中的に討議するものです。年間6件程度 の研究会の開催を予定しております。

つきましては研究会を下記のとおり募集致しますのでご 応募下さいますようお願いします。

## 記

- **1. 開催期間** 平成 27 年 10 月~平成 28 年 3 月
- **2. 応募締切日** 平成 27 年 6 月 19 日(金) 〔年 2 回(前期と後期)募集しています〕
- 3. 応募書類記載事項(A4 判,様式任意)
  - (1) 研究会題名(英訳を添える)
  - (2) 提案内容(400字程度の説明)
  - (3) 提案代表者氏名,所属及び職名(所内,所外を問 わない)
  - (4) 世話人氏名 (所内の者に限る)
  - (5) 開催を希望する時期
  - (6) 参加予定者数及び参加が予定されている主な研究 者の氏名,所属及び職名
- **4. 応募書類送付先**(データをメールに添付して送付) 放射光科学研究施設 主幹秘書室 石川 銀 Email:gin.ishikawa@kek.jp TEL: 029-864-5196

なお、旅費,宿泊費等については実施前に詳細な打ち 合わせのうえ、支給が可能な範囲で準備します(1件当り 上限 50万円程度)。開催日程については、採択後に PAC 委員長と相談して下さい。また、研究会の報告書を KEK Proceedings として出版していただきます。

# 平成 27 年度後期共同利用実験課題公募 について

高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所の放射 光科学研究施設(フォトン・ファクトリー)は,電子蓄積 リングから放出される放射光を用いて研究を行うための全 国共同利用研究施設です。下記の要領で共同利用実験課題 を公募します。なお,低速陽電子実験施設の共同利用実験 課題を併せて公募します。課題審査等は放射光共同利用に 準じて行われます。

次回の公募は4月上旬から受付開始し,締切は5月中 旬を予定しております。申請は専用 Webページ(https:// pmsweb.kek.jp/k-pas)にアクセスして,必要事項を入力し て下さい。これまで PF を利用されていない方は新規にユ ーザー登録が必要になりますので,余裕を持って申請くだ さい。締切時間は Web システムで設定されており,少し でも締切時間をすぎますと受け付けられなくなりますので 十分ご注意ください。7月に審査結果の速報が電子メール で送られる予定です。採択された課題は平成27年10月に 有効となり,実験が開始できます。

### 【概要】

応募資格者は国立,公立及び私立大学,国立,公立研究 所等の研究機関の研究者,又はこれらに準ずる研究者に加 えて,科学研究費補助金の申請資格を有する機関に所属す る研究者が研究成果を無償で社会に還元することを主目的 とする研究等も含まれます。軍事目的の研究はできません。

所定の手続きに従って共同利用実験申請書を提出し,課 題審査委員会で採択された場合は無償で実験を行うことが 出来ます。**原則として評点の高い課題から順にビームタイ** ムが配分されます。実験参加者(研究者および大学院生) は規程に従い,図書室の利用等の便宜供与を受けるととも に,機構内の宿泊施設を利用し,旅費,宿泊費等の支給を 受けることができます。

利用できるビームライン・実験装置については「フォ トンファクトリーの実験ステーション・実験装置」(http:// pfwww.kek.jp/users\_info/station\_spec/index.html)を参照下さい。

### 【研究成果の公表】

実験の結果は公表(学術論文,学位論文,Activity Report,学会口頭発表等)していただきます。論文には 使用した施設名,ビームライン名を明記して下さい。謝 辞には以下の様に課題番号を記載して下さい:This work has been performed under the approval of the Photon Factory Program Advisory Committee (Proposal No. 2014G333)。

放射光共同利用実験結果が少しでも含まれる学術論文, 学位論文などを発表された場合にすみやかに PF 出版デー タベース (http://pfwww.kek.jp/users\_info/users\_guide/pubdb. html),学位論文データベース (http://pfwww.kek.jp/users\_ info/users\_guide/thesispubl.html) に登録し,別刷りまたは PDF ファイルをお送りください。成果を記者発表する場 合には事前にビームライン担当者および物構研広報 (imsspro@ml.post.kek.jp) にご連絡ください (参考:「成果発表 について」http://imss.kek.jp/guide/result.html)。

実験の成果およびそれにかかわる知的財産権の専有を希望される場合は、下記研究協力課共同利用支援室共同利用 係にご相談下さい。本共同利用実験により得られた知的財 産権の帰属については、大学共同利用機関法人高エネルギ ー加速器研究機構知的財産取扱規程に基づき、その都度協 議することになります。

過去に採択され、実施された課題が複数ある場合には、 それらの課題による PF 出版データベースへの登録状況が 審査に際して考慮されます。その基準は以下の通りです。

申請課題の採択時から遡り,課題の有効期間が終了して 1年から6年経過した課題(P型課題を除く)が3件以上 ある場合について,

- 採択課題数の 1/3 以上の課題について論文が登録 されていない実験責任者に事情を照会する(yellow card 調査対象)。
- 2. 調査の回答に基づき、問題点の解析を行う。
- 3. 回答がない実験責任者の申請課題は不採択とする。
- 4. 論文登録の少ない実験責任者の申請については、実験 責任者からの回答、該当期間の課題に関する論文登 録状況、学位論文等の登録状況を考慮し、PAC分科 会で評点の減点を提案し、PACで決定する。減点は 以下の基準で行う。
  - \* 2/3 以上の課題について論文登録がない場合は, -1.0を基準とする。1/3 を越える課題について論文 登録がない場合は,-0.5 を基準とする。

### 【課題のカテゴリー】

課題のカテゴリーには,一般的な実験(G型),初心者 による実験や予備実験(P型),緊急かつ重要な実験(U型), 特別型(S1,S2型),大学院生奨励(T型)課題等があり ます。それぞれのカテゴリーの特徴,審査基準などの詳細 は PF の Web(http://pfwww.kek.jp/users\_info/pac\_application/ category.html)をご覧下さい。P型課題(2014年5月~), U型課題の申請は,随時受け付けています。

また,新たに物質構造科学研究所(物構研)の放射光, 低速陽電子,中性子,ミュオンという4つのプローブが利 用でき,これらニ種類以上のプローブを相補的に利用す る共同利用実験課題(マルチプローブ課題)を平成27年 度後期共同利用実験課題公募から実施する予定です。詳 細は,WEBページ等でお知らせします(http://pfwww.kek. jp/publications/pfnews/31\_4/shisetsu.pdf,http://www2.kek.jp/ uskek/procedures/)。

### 【審査について】

◆申請のあった実験課題は,当研究所に設置された放射光 共同利用実験審査委員会(PF-PAC)で審査し,運営会議 の議を経て,所長が採否の決定をします.なお,緊急か つ重要な実験課題(U型),初心者・予備実験(P型)に ついては,申請書受理後,直ちにレフェリーの意見を徴し, その意見を参考にして,その都度,採否を決定します。

◆申請書には一つの研究課題に関する研究内容・計画を記 し,関連性の薄い複数の研究課題を列記しないでください。 審査は申請書に記述された研究の内容について行ないます ので申請書は具体的に記述して下さい。

◆すでに述べましたが、これまでに実験をされた方からの 申請については、それらの課題に関する論文登録状況も審 査の対象となります。PF 出版データベースおよび学位論 文データベースへの登録を予め確認してください。登録状 況が宜しくない場合は,課題審査に先立ち電子メールで事 情説明を求めます。回答がない場合は,不採択となります。 速やかに回答してください。

◆審査結果は,実験責任者および Contact Person in Japan (国 外からの申請の場合) にお知らせします。

◆ S2 型の審査は,書面審査の後,評定者(5人以上)等 を対象に口頭説明を行ないます。採択の後は,毎年 PF シ ンポジウムで進行状況を報告して頂き, PF-PAC で評価し ます。採択された U 型課題は PF シンポジウムで報告して いただきます。

◆ P 型(予備実験・初心者実験)の申請に当たっては,実 験ステーション担当者との事前打ち合わせが必須です。十 分な時間的余裕をみた上で,実験ステーション担当者と技 術的なことについて緊密に打ち合わせて下さい。

◆ T 型課題(最長有効期間3年)は、大学院学生(博士 後期課程在学者もしくは博士後期課程進学予定の修士2年 生)が申請することができます。この課題に関する研究は、 大学院学生の所属大学側と PF 側とで共同で学生指導を行 うことになります。申請にあたっては、申請者、大学側指 導教員と PF 側受け入れ担当教員との間の十分な事前打ち 合わせが必要です。申請を検討する場合は、早めに PF 側 に相談して下さい。審査は書面審査後に評定者(3名)等 を対象に口頭説明を行います。採択の後は、毎年 PF シン ポジウムで進行状況を報告して頂き、PF-PAC で評価して 助言を行います。

◆本公募により提供された個人情報は、課題審査および課題採択後に共同利用実験を円滑に実施するための連絡等の目的で利用いたします。また、採択課題については、本機構のホームページ及び刊行物に実験責任者氏名・所属及び実験課題名等を掲載することをご了承下さい。

### 【ビームタイム配分】

課題審査では学問上の価値、技術的な実行の可能性に重

点を置いて申請書の評価を行い,最高5点で評点を付けま す。このため,課題が採択されたことは必ずしもビームタ イムを申請されたビームタイムの配分を約束するものでは ありません。ビームタイムの配分は,課題の評点を考慮し て,運転期毎に行われますので,使用するビームラインの 担当者と連絡をとってください。今回採択されたG型課 題の評点分布は p.48 に掲載しています。

### 【ビームタイム配分と終了届け】

課題採択後は、PF Activity Report(ユーザーレポート) を必ず少なくとも一報提出してください。PFACR を課題 終了届けとして扱います。諸般の事情により、実験を実施 できなかった場合などは従来の終了届けを提出して下さい。

### 【その他】

◆実験を行うに当たり,放射線業務従事者として登録して いただく必要があります。

◆実験を実施する時は,安全確保のため,放射線,化学薬品,有害物質等に関する当機構の諸規則その他の関係法令の規制を受けます。

◆国内の大学等からの利用に当たり, PF のルールに基づき旅費,滞在費のサポートを行います。また,宿舎等は空きのある範囲で利用可能です。2014 年度は,G,P,U型課題の関東地区ユーザーへの交通費の支給はできませんでしたが,2015 年度に関しては現時点では未定です。

◆(課題の再申請)採択されたけれども評点が低いために ビームタイムが配分されない課題について、より高い評価 を得るために再申請を行うことができます。このような 申請を提出する場合には申請書の中に再申請であることを 明記して下さい。再申請が採択された場合には、いずれか の課題を取り下げていただきます。

不明な点は下記までお問い合わせ下さい。

研究協力課 共同利用支援室 共同利用係 Tel: 029-864-5126 Fax: 029-879-6137 Email: kyodo1@mail.kek.jp

# 予定一覧

2015年

3月 9日~13日	第2回対称性・群論トレーニングコース(4号館1階セミナーホール)
3月17日~18日	第3回物構研サイエンスフェスタ(つくば国際会議場)
5月 8日	PF 平成 27 年度第一期ユーザー運転開始
5月15日	PF-AR 平成 27 年度第一期ユーザー運転開始
6月19日	平成 27 年度後期フォトン・ファクトリー研究会公募締切
6月30日	PF, PF-AR 平成 27 年度第一期ユーザー運転終了

※最新情報は http://pfwww.kek.jp/spice/getschtxt をご覧下さい。

# 運転スケジュール(April ~July 2015)

E:ユーザー実験 B:ボーナスタイム M:マシンスタディ T:立ち上げ MA:メンテナンス HB:ハイブリッド運転

4月	PF	PF-AR	5月	PF	PF-AR	6月	PF	PF-AR	7月	PF	PF-AR							
1(水)	_		1(金)	_		1(月)	_		1(水)	_								
2(木)			2(±)			2(火)			2(木)	- - -								
3(金)			3(日)			3(水)			3(金)	- - -								
4(±)										4(月) S	STOP	STOP	4(木)			4(土)		
5(日)			5(火)			5(金)			5(日)									
6(月)			6(水)			6(土)	_	E	6(月)	- - -								
7(火)	- -		7(木)			7(日)	E		7(火)									
8(水)			8(金)	-1 / IVI -		8(月)	Ē		8(水)									
9(木)	- -		9(±)			9(火)	_		9(木)	-   -								
10(金)			10(日)	_ _ F		10(水)	- R	R	10(金)									
11(土)			11(月)			11(木)	M	MA/M	11(土)									
12(日)			12(火)			12(金)			12(日)									
13(月)		STOP	13(水)		Т/М	13(土)			13(月)									
14(火)	_		14(木)	M		14(日)	F	F	14(火)	_								
15(水)			15(金)	- 101		15(月)	F		15(水)	STOP	STOP							
16(木)	_		16(土)		16(火)	_		16(木)	_									
17(金)	_			17(日) — F	F	17(水)	R	B	17(金)	_								
18(土)	Ет/м				18(月)	18(月) [		18(木)	E M		18(土)							
19(日)			19(火)	_		19(金)			19(日)	_								
20(月)			20(水)	B	R	20(±)			20(月)	_								
21(火)	_		21(木)	E M		21(日)	E	E	21(火)	_								
22(水)					22(金)			22(月)	E		22(水)	-						
23(木)	 		23(±)	_		23(火)	_		23(木)	_								
24(金)			24(日)	E	Е	24(水)	B	B	24(金)	-								
25(土)				25(月) 二			25(木)		м	25(土)	_							
26(日)				26(火)			26(金)			26(日)								
27(月)	STOP							27(水)	B	B	27(土)	E		27(月)	-			
28(火)	 		28(木)	M	м	28(日)	_	E	28(火)	_								
29(水)			29(金)			29(月)			29(水)									
30(木)			30(土)	HB	Е	30(火)	STOP	STOP	30(木)									
			31(日)	_					31(金)	_								

スケジュールは変更されることがありますので、最新情報はPFホームページ(http://pfwww.kek.jp/indexj.html)の「PFの運転状況/長期スケジュール」(http://pfwww.kek.jp/unten/titlej.html) をご覧ください。