

PF 滞在記

### BL-28A を利用した高熱電能の起源に迫る研究

東京理科大学大学院理学研究科  
応用物理学専攻修士2年 高橋謙太

私は、東京理科大学理学研究科応用物理学専攻齋藤研究室に所属しており、銅系デラフォサイト型酸化物  $\text{CuMO}_2$  ( $M$ : 3 価の金属) の電子構造の研究を行っています。デラフォサイト型酸化物は、主に排熱を電気エネルギーに変換する熱電変換材料の候補物質の1つとして応用研究が進められています。特に、 $\text{CuMO}_2$  では高熱起電力を示すことに加えて、キャリアドープにより電気抵抗率が激減することが報告されています。その他にも、 $\text{CuAlO}_2$  が  $p$  型透明導電性酸化物、 $\text{CuMnO}_2$  が光触媒に应用されるなど、多くの応用可能性を秘めた物質群です。研究室に配属された学部4年次から KEK-PF の BL-28A を利用し、銅系デラフォサイト型酸化物の電子構造及び価数状態の解明を目指して「光電子分光法」、その中でも特に「 $3p$ - $3d$  共鳴光電子分光」を行ってきました。共鳴光電子分光とは、入射光エネルギー  $h\nu$  を内殻準位の吸収端に近いエネルギーにすることで量子力学的な共鳴を誘起し、価電子帯における各原子軌道の寄与をより効率よく観測する方法です。実際の共鳴光電子分光実験では、入射光エネルギー  $h\nu$  を少しずつ変化させて測定を行います。例として  $\text{Cu}$  は、 $h\nu=74$  eV 程度に  $\text{Cu}^{2+}$  の共鳴が、 $h\nu=77$  eV 程度に  $\text{Cu}^+$  の共鳴が存在するため、85 eV ~70 eV まで 1 eV 間隔で入射光エネルギーを変え測定します。KEK までは東京理科大学葛飾キャンパスから車で約 40 分、電車で約 1 時間必要とします。私は、両親から車を借りて KEK に実験に行っています。実験初日に KEK に向かうと実験開始時間に間に合わない為、事

前に試料の準備や実験計画を入念に立て、実験日程の前日に KEK に前入りし、実験開始から実験終了まで滞りなく測定が進むよう研究室メンバー一同尽力しています。本記事では、PF BL-28A での実験の様子や滞在中の食事について書きたいと思います。今年の1期は PF 全体でメンテナンスがあったため、例年に比べ与えられたビームタイムが非常に短く、我々には 48 時間しかありませんでした。研究室メンバーとの実験計画を立てた結果、全日程の内、約 10 時間を銅系デラフォサイト型酸化物の  $3p$ - $3d$  共鳴光電子分光実験に使うことが出来ました。実験の大まかな流れは、試料をロードロックチャンバーに挿入→ロードロックチャンバーの真空引き→プレップチャンバー通してメインチャンバーへ試料を輸送→試料の劈開→光を照射→試料の位置合わせ→測定→解析となっています。この一連の作業を試料挿入から劈開まで真空待ち込みで約 2 時間、試料の位置合わせで約 1 時間、 $\text{Cu } 3p$ - $3d$  共鳴光電子分光で約 4 時間かけてデータを取っています。試料の輸送や劈開、位置合わせ、実験システムの調整、トラブルの対処など身体的にも精神的にも神経を使う作業が多いので、研究室メンバーと適宜作業を分担しながら効率重視で作業しました。実験は、メンバーを昼班と夜班に分け、12 時間交代で実験に当たっています。滞在中の食事についてですが、車を使ってご飯を食べに行くことが非常に多いです。筑波大学が近くにあるという事もあり、安く沢山食べる事が出来るお店が多く、食事に関して困ったことはありません。つくばには特に美味しいラーメン屋が多く毎日の昼ご飯がラーメンという事も多々あります。「活龍」や「甲殻堂」、少し遠いですが「鶏々」や「はりけんラーメン」など、つくばに行っただけには一度は食べておきたいお店が多いです。ラーメン以外にも中華料理やイタリア料理、弁当屋などがあり、精神的に実験を進めていくために必要な食事環境が整っている場所だと思います。人生で初めての外部実験施設での実験は戸惑う事ばかりでした。初めは、実験の流れや実験装置について全く分からず、先生や先輩方に教わってばかりで、自分からは何もすることが出来ませんでした。また、学部4年の冬には実験中にトラブルが生じました。対処を試みましたが、私自身どうすべきかわからず、手も足も出せませんでした。幸い、先生や先輩方の迅速な対処のおかげで最悪の事態を防ぐことが出来ましたが、今後研究を続けていくための自信を失うトラブルでした。多くの失敗をしてきましたが、その失敗が良い経験となり、今では私を含め修士2年が先頭に立ち研究を進めています。大学や KEK の研究者、技術者の方々が支えてくれるおかげで自分自身の研究に集中して取り組むことが出来、光電子分光実験を円滑に進めることが出来ています。大学院卒業まで残すところ後わずかですが、有終の美を飾れるように、怠けることなく全力で研究を進めていきたいと考えています。

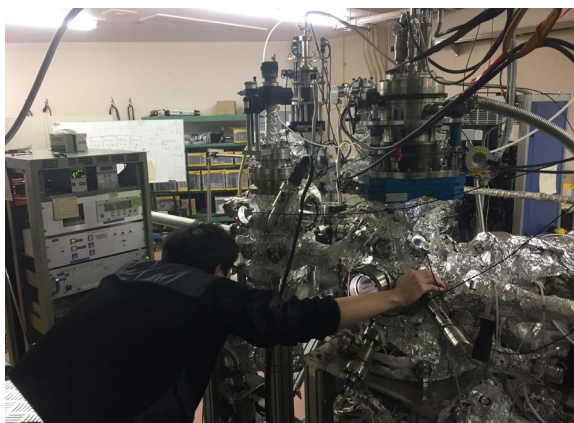


図1 試料をメインチャンバーに挿入する著者

## BL-9A を利用した高原子価金属錯体の電子状態の解明

茨城大学大学院理工学研究科  
博士後期課程 2年 大下宏美

2018年12月19日午前9時、BL-9Aで2017年最後のビームタイムが始まった。24時間で、30サンプルを測定しなければならない。

私は、生物無機化学研究室に所属しており、島崎優一准教授のご指導のもと、高原子価金属錯体の電子状態およびその反応性について研究をしている。普段は大学で研究を進めており、高原子価金属錯体の合成・単離をメインとし、その性質について様々な物理化学的手法により検討している。いわば、海外アニメで見られるような「薬品の調合」だ（爆発させることは絶対にないが）。研究は順調に進んでいるのだが、高原子価金属錯体には困ったことがある。私の高原子価金属錯体は不安定であり、結晶化が難しく、構造についての知見がまだ得られていないものが多い。そこで、KEKの特別共同利用研究員としての私の出番が来るのである。

KEKでは、PFの阿部仁准教授からご指導をいただき、X線吸収分光法による高原子価金属錯体の局所構造および電子状態について検討している。この日は、錯体中に含まれている硫黄の酸化数について検討するため、硫黄のK吸収端のX線吸収スペクトルを測定した。実験には、研究室の後輩である修士1年の鈴木に同行してもらった（この滞在記の撮影者も兼任）。実は、硫黄のX線吸収スペクトルを測定するのはこの日が初めてであり、蛍光法やライトル検出器初体験の日となった。阿部准教授から装置の説明や使い方を丁寧に指導いただき、キャリブレーションから実験がスタートした。毎回サンプルは全て大学で準備してきているので、PFでの実験はサンプルの設置と測定のみであり特別大変な操作はない。しかしながら、PFでの実験はいつも少し緊張する。普段使っている実験装置の何倍も大きい装置や、本当にアニメの世界に入ったような広い光源棟、国内外の研究者の方々が真剣に実験をしている雰囲気は圧倒されるからだ。また、限られた貴重なビームタイムを無駄にしないように、睡魔と闘いながら測定し続けることにいつも必死である。そんな中で私の楽しみは、何と言っても「食事」である。冬場の実験は、空腹であると体が冷えパフォーマンス力が低下する。特に夜通し実験していると疲れも重なり、エネルギー源となる食事のありがたみが本当に身に染みるのだ。喫茶室風来夢は私のお気に入りであり、この日はアジフライ定食をいただいた。外部での実験は不規則な食生活になりがちだが、揚げたてのフライやあたたかい味噌汁、ご飯をいただけるのは本当にありがたい。また深夜になると、どうしてもお腹が減ってしまう。そんな時に食べるカップ麺は格別であり、最近

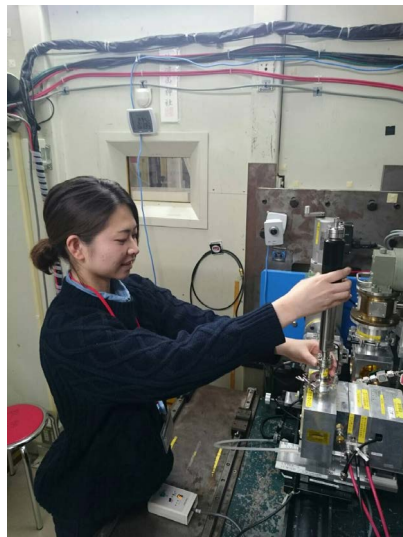


図 測定準備の様子

恒例になりつつある早朝4時の蒙古タンメンは、私にとって“最後の気合入れ!!”でもある。辛味の力を借りて、眠気を吹き飛ばすのだ。

研究室の年末報告会用の発表スライドを作りながら測定を行っていたが、目の前にある実験の結果はやはり気になるものである。測定を終えた結果から順に、大雑把にその場で解析を行っていった。結局スライドは、後日に徹夜で作ることとなったが、この時、2017年でベスト3に入るくらいの嬉しい瞬間が来た。以前から“おかしい”と思っていた結果につながるようなデータが得られたのだ！夕方頃、阿部准教授に相談させていただいた時に「論文にしまよ」と言っただけだった時は、最高に興奮した瞬間だった。より一層、この日のやる気は高まった。

その後も測定は順調に続き、蒙古タンメンタイムまで無事迎えることができた。大抵そうなのだが、私はこの時間から少し焦り始める。残りのサンプル数と時間を比較し、ビームタイム終了と同時に測定が終わることを悟るからだ。1秒でも時間を無駄にしないように、集中して実験を進めた。そして、この日最後のサンプルの測定が、ほぼビームタイム終了時間ぴったりに終わった。実験に持ってきたものを片付け、最後にOSLバッジ・IDカードを監視員の方に返し、この日のビームタイムを終えた。気持ちよさそうに朝日を浴びている白猫ちゃんに癒され、帰宅の途についた。

2018年度は、学生としてPFで実験できる最後の年だ。これまでPFで実験してきた結果も含め、自分の研究を形にする1年にしたいと思う。また、ご指導いただいている阿部准教授の知識や技術など、吸収できるものは全て吸収し、今後の研究活動にも活かせるよう身につけたい。さらに欲を言えば、まだ自分が測定したことのない元素の測定や別の装置を使った測定など、チャンスがあれば挑戦していきたいとも考えている。少し欲張りなような気もするが、まずは目の前にある結果から。その第一歩として、1月下旬にまたPFに頑張りに来ようと思う。

## 防災・防火訓練を行いました

放射光科学系防災・防火担当 内田佳伯, 野澤俊介

2017年度の訓練は当初は11月30日(木)の実施予定でしたが雨天のため順延となり12月1日(金)午後1時30分頃に緊急地震速報の非常放送がされ、ユーザーの方々にも参加していただいた訓練を行いました。非常放送が流れて地震到達までの間に実験装置の電源を切ったり、使用中のガスの停止やビームラインのシャッターを閉じる等の安全を確保していただき、地震がおさまった後に職員の誘導によりKEK指定の避難場所に避難し、安否確認を行いました。また自衛消防隊の避難誘導班員がPF、PF-AR実験ホールに入り逃げ遅れている人がいないかの捜索等を行い、担架により負傷者役を搬出したところで訓練を終了しました。訓練終了後にアンケートを実施し、約30名のユーザーの皆様から有意義なご意見をいただきました。「避難場所を知らなかった」という方は昨年同様約20%おられました。実際に災害が発生した場合に避難場所が不明というのは問題であり、ユーザーの方全員に分かるような避難場所の掲示等を心掛けたいと考えております。最後になりましたが、近年の厳しいビームタイムの状況下で貴重な実験時間を中断して寒い中訓練に参加していただいたユーザーの皆様に、あらためてお礼を申し上げます。

## PF トピックス一覧 (11月～1月)

PFのホームページ (<http://www2.kek.jp/imss/pf/>) では、PFに関係する研究成果やイベント、トピックスなどを順次掲載しています。各トピックスの詳細はPFホームページをご覧ください。

### 2017年11月～2018年1月に紹介されたPF トピックス一覧

- 11.3 【トピックス】筑波大学学園祭「雙峰祭」つくば研究紹介に出展
- 11.4 【物構研トピックス】第2回KEKサイエンスカフェ@青山「京の染師×構造生物学者 ～複雑系に魅せられた男たち～」を開催
- 11.27 【物構研トピックス】東京大学大学院薬学系研究科の研究グループ、自然免疫受容体(TLR8)の活性化を抑制する機構を解明～自己免疫疾患治療薬の開発に期待～
- 12.7 【KEKサイエンスカフェ】9月「人工光合成で世界を救え!～加速器を使った新エネルギー研究～」
- 12.8 【物構研トピックス】KEKと北海道大学との第8回連携協議会および連携シンポジウムが開催されました
- 12.13 【物構研トピックス】内閣府・戦略的イノベーション

創造プログラム(SIP)「革新的構造材料」関係者がKEKを訪問

- 12.13 【物構研トピックス】フォトンファクトリー光源棟の屋根補修が完了
- 12.20 【物構研トピックス】外務省広報用映像にフォトンファクトリーの北村未歩さんが出演
- 12.27 【物構研トピックス】タンパク質構造の非対称性と遺伝子制御システムの複雑性～東大分生研・物構研・理研の研究グループが「分子進化論」続編にあたる論文を発表～
- 12.28 【物構研トピックス】物構研の教育活動 CUPAL 放射光利用技術入門コース～粉末X線回折～
- 1.5 【物構研トピックス】「物質構造科学研究所 設立20周年記念シンポジウム「物質構造科学の過去・現在・未来」を開催
- 1.5 【物構研トピックス】物構研 年頭所感
- 1.9 【プレスリリース】生物由来生合成酵素の分子構造情報に基づく新規生体触媒の開発～創薬に向けた合理的な生合成リデザイン的一步～
- 1.11 【プレスリリース】ミラー対称性による新型トポロジカル絶縁体を発見 - 高効率電子デバイスの開発に光 -
- 1.12 【物構研トピックス】アフリカ光源加速器会議からの研修生の滞在記
- 1.16 【KEKサイエンスカフェ】12月「放射光で輝く!女性研究者 ～日本放射光学会 市民公開講座・プレ企画～」
- 1.22 【プレスリリース】貴金属を使わない高性能アンモニア合成触媒を開発～新しい窒素分子の活性化機構を示唆～
- 1.22 【プレスリリース】機械学習により実験計画の自動決定が可能に～「学習」と「予測」でX線スペクトル測定の高効率化に成功～
- 1.24 【物構研トピックス】東京大学と富山大学の研究グループ、細胞接着分子が神経細胞同士を適切につなぐ仕組みを明らかに
- 1.26 【物構研トピックス】つくばにて第31回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム開催
- 1.30 【物構研トピックス】産総研などの研究グループ、エイズウイルスの力を借りてB型肝炎治療薬の作用機構と薬剤耐性の仕組みを解明
- 1.31 【物構研トピックス】日本放射光学会 市民公開講座「放射光で輝く!女性研究者」を開催