

## ◁研究会報告▷

## 第17回国際結晶学会議 (IUCr17) に参加して

大隅 一政 (高エネルギー物理学研究所放射光実験施設)

国際結晶学連合 (IUCr) 第17回会議及び総会が、米国シアトル市の Seattle Convention and Trade Center において8月8日から17日にわたって開催された。シアトル市は米国西海岸の北緯47度付近に位置しており、爽やかな天候に恵まれた会議であった。地元紙によれば参加者は2400人であるが、最終的には3,000人ともいわれている。発表論文数も2258に上り極めて多人数が参加する会議であったことは従来と変わらない。これらの論文中の口頭発表は上記期間中の休息日を除いた8日半の日程の中で6つの会場に分かれてマイクロシンポジウムとして午前・午後に行われた。口頭発表以外はポスターによる発表であった。

さて、放射光関係の論文は25に分かれたカテゴリーの中で Instrumentation and experimental techniques の中に組み込まれ、その中で更に以下のように分類された。続く数字は論文数である。

Synchrotron Radiation (I) Instrumentation and techniques .....	23
Synchrotron Radiation (II) Macromoleculars .....	11
Synchrotron Radiation (III) Application Time Resolved Micro-crystal High Energy .....	13

このカテゴリーでの論文数は以外な程少ない。また、Subject index で放射光の文字を使った論文も上記の合計数にも満たない45件に止まっている。前回の北京での会議 (1993) では63件であったことを考えれば、放射光を用いた研究をこ

のマイクロシンポジウム以外の対象物質名等を冠したカテゴリーで発表した人が多かったということであろう。このことは、放射光利用の結晶学が益々広がりを見せ、今や放射光利用を研究の特色とせず夫々の研究分野で成果を発表していることを示していると言ってよかろう。以下では筆者が関っている微小結晶・微小領域を対象とする結晶学的解析について今回の発表状況から考えられる現状を述べる。

この課題は X 線領域の放射光利用が開始された初期から試験的な実験が行われてきた。初めての実験は800  $\mu\text{m}^3$  のゼオライトを試料として行われ、その結果から1ミクロン程度の微小結晶からの回折強度が測定可能であろうと結論している。この仕事と前後して蛍石 ( $\text{CaF}_2$ ) を試料として行った実験結果が今回と同じく国際結晶学連合第14回会議 (1984, Hamburg) で発表されて一躍注目を集めた。その時の結晶サイズは髪の毛よりも細い一辺が6ミクロンであった。その後より微小な結晶からの回折強度を得る開発研究が世界各地の X 線を供給する放射光施設で続けられたが、その間にはミクロン大の結晶であっても更に微細なモザイク構造を有する等の運動学的回折理論のモデルに関する新たな知見が得られている。

1991年にはモリブデン (Mo) 試料を用いた実験で結晶粒としてのサイズは0.8  $\mu\text{m}$  径となってサブミクロン領域に到り、光学顕微鏡下での結晶ハンドリングの限界を越えた。同時にこの年にはビスマス (Bi) の極細ワイヤー (0.22  $\mu\text{m}$  径) の

一部に放射光 X 線を照射した回折実験も報告され、結晶のハンドリングが限界となった極微小結晶粒ではなく今後は微小領域を対象とする回折実験が主流となる状況となった。或は試料によっては極微小結晶粒しか得られない場合には結晶のハンドリングは走査型電子顕微鏡によって行う他に方法が考えられない段階を迎えていた。

今回の会議では、微小領域の実験として ESRF のマイクロビームを利用して fly ash particle (石炭を燃やした際に生じる微小な物質) の化学組成と回折実験から鉱物の同定が行われたこと、また同じ ESRF のマイクロビームを用いたサブミクロン径の結晶粒の単色 X 線回折実験が報告された。後者の実験における結晶ハンドリングは将来に走査型電子顕微鏡を用いて結晶を極細ガラスファイバーに接着したものである。この実験より得られた回折データから hydrous barium oxalate 中の水素原子の座標はもとより温度因子の精密化にも成功したとのことである。これは吸収・消衰の各補正が不要となる条件下で高精度の回折強度測定が行われたことを示す結果であろう。これらの実験は何れも第3世代の光源を利用して得られた成果であるが、第2世代光源である PF を利用してマイクロピンホールを試料直前に置く方法に

よって隕石の顕微鏡観察用の薄片試料中に含まれる鉱物の構造精密化及びこの鉱物中に含まれている未知の微小包有物の相の同定並びに構造精密化が報告された。

第3世代光源の利用は始まってから未だ日も浅いにもかかわらず、高輝度特性を充分活かした質の高い実験データから研究成果が出つつある一方、第2世代光源利用の実験研究も試料を選んで着実に成果を伸ばしている状況が見られた。一方、ポスターでは各地の放射光施設の整備計画に従って建設される装置関係の発表が多く見られたが、新味のあるものは殆ど無かったのは残念であった。

また、高温高圧下の結晶学に関する6つのマイクロシンポジウムの中に、放射光を用いたマイクロビームをテーマとするセッションがあり、その中の講演で従来の開発研究の過程で問題とされていた結晶のハンドリング等の問題点も既に解決され、第3世代光源の利用によって将来も更に微小結晶・微小領域を対象とする結晶学が進展するであろうとの見通しが述べられた。将来にこのテーマは第3世代光源の利用によって大きく飛躍して物質科学に大きな貢献を成すであろうと期待される。