**ロータリー**

**談　話　室**

**合成屋にとっての「ぶんせき」談**

私は，無機（固体）系の新規物質や材料の合成と，それらの結晶構造や材料特性の評価を日々細々と行っております「一介の合成屋」です．この度，歴史ある分析学会の機関誌への執筆を依頼いただいたことは，思いもよらぬことで，大変光栄なことではあるものの，専門外の私には分不相応であろうと一旦は尻込みをいたしました．しかし一方で，合成以外が不得手な私は，これまでに試料の分析や評価に関して多くの方々にお世話になっていることに改めて気付かされました．そうした方々への感謝の気持ちを込めて，合成を主な生業とする門外漢の視点より，自身の研究における分析に関して，エピソードや思うところを交えて紹介させていただきます．

私が研究の対象としている物質群の一つは，電気陰性度の差が比較的大きな元素の組み合わせで構成される金属間化合物で，「極性金属間化合物」や「ジントル相」と呼ばれています．一般的な合金や金属間化合物とは異なり，イオン結合と共有結合が共存した多彩な結晶構造を有する物質が多く存在します．また，電子構造は構成元素の電気陰性度差から生じる極性や結晶構造と密接に関連し，超伝導性を含む金属から半金属，さらに半導体までの広範な電子物性を示し，近年は熱電材料やトポロジカル物質の候補物質群としても注目されています．

例として，我々が近年取り扱っている極性金属間化合物にNaMgBi（狭ギャップ半導体）やNaAlSi（超伝導体）があります．化合物の化学組成よりお気づきになられるかもしれませんが，これらの化合物は大気中では容易に酸化され，水分とも反応します．実際，NaMgBiの細かな粉末は大気にさらすと反応熱で赤熱する場合があり，NaAlSiの数ミリ角の単結晶は水に浸けると激しく反応し，パチパチと音を立てながらナトリウムの輝線である黄色の火花をあげて激しく燃えます．

つまり，こうした活性なアルカリ金属元素を含む極性金属間化合物の多くは大気中で不安定で，合成だけでなく，その後の分析や評価も難しいため，研究者人口は少なく，無機化学の分野でもマイナーな物質群です．そのため，本機関誌の読者の多くもお聞き馴染みがないものと存じます．

さて，ようやく分析に関するお話となります．上述のように，私が合成する化合物は大気中で取り扱えないものが多いため，試料の分析と評価にはいつも苦労しています．結晶構造の解析は，自分で不活性雰囲気下のグローブボックス内でガラスキャピラリーに結晶を密封し，ガラス越しに結晶X線回折を行うのですが，その化合物の化学組成は通常のX線構造解析とは異なる分析手法からも得る必要があります．化合物の組成は，結晶構造のみならず，電子状態や物性，材料特性を理解する上で最も重要な情報の一つなので，必然的に，合成系の論文であっても，試料や化合物の化学組成の正確な分析値を提示することが強く求められます．

大気中で不安定な化合物の化学組成を決定する際に，我々が活用させていただいているのが蛍光X線分析装置です．この分析装置は走査電子顕微鏡(SEM)に付設されることが多く，十µm程度の結晶粒に対しても元素組成の分析が形態観察とともに行えるため，試料が少量である場合や単相試料が得られない場合に特に重宝です．蛍光X線を検出する方法はエネルギー分散方式(EDX)と波長分散方式(WDX)との２種類があり，後者のWDX測定は前者のEDXより分解能や分析精度が高いのですが，装置の取り扱いを含め，私のような素人には敷居が高いため，専門的な技術をお持ちの共用装置の担当者（技術職員さん）にお願いしております．

実は，当研究所に既設の共用の分析装置(SEM-WDX)は，試料を大気暴露させずに測定室へ搬入するようには設計されておらず，そのままでは大気中で不安定な試料の組成分析は叶いません．10年以上も前になりますが，自身の大気不安定な試料の組成分析について装置を担当されていた技術職員さんに相談した際，メーカーに装置の改造を依頼すると数百万円はかかると言われ，大変がっかりしたことを今でも覚えています．

私の落胆ぶりをみて，よほど可哀想だと思ってくださったのか，後日，技術職員さんが小指の先ほどの大きさの直方体状のプラスチックを手に，それにより分析測定を試みることを提案してくださいました．手の中にあったのはパソコンとモニターを接続する(VGA)ケーブルのコネクタ部分を保護していたカバーキャップで，その高さがポイントであるとのことでした．

このカバーキャップの活用法を私の文才でお伝えすることは難しいのですが，不活性雰囲気中でキャップを試料台に被せて試料を密封し，それを分析装置内の試料室で真空引きした後，測定室へ搬入する際にキャップ上部がその間口に引っかかり，試料台から外れるという仕掛けでした．これが見事に功を奏し，費用をかけずに大気不安定な試料の組成分析を行うことが可能になりました（最近のモニター接続ケーブルの規格は HDMIやUSBが主流ですから，相談した時期も味方してくれたと思います）．

その後も，この技術職員さんからは，分析測定に同席した際に，試料を持ち込む側は強い思い入れや思い込みがあるため分析値が予想と異なった場合，それを受け入れない傾向があるという（合成屋には耳が痛い）お話や，分析には技術と経験が必要とされる場面（元素の組み合わせによる測定の設定値の変更等々）が多々あることをうかがいました．

以上が私の分析にまつわるエピソードですが，ありがたいことに試料の特性評価や理論計算に関しても，高い専門性をもつ優しくも気骨のある研究者や技術者の方々に手を差し伸べていただき，自身の研究を進め，多くのことを学ばせていただく機会を得ております．こうした人との出会いと，思いもしない工夫や助言により研究が進展した経験から，専門外の分野にも積極的に人脈を広げ，人とのコミュニケーションを大切にしながら研究を継続することの重要性を実感しています．

〔東北大学 多元物質科学研究所　山田 高広〕