

## 4 九州大学硬X線ビームライン (BL06 ; 九州大学)

### 1. はじめに

九州大学ビームライン (九大BL) は、X線吸収微細構造(XAFS)測定システム、及び小角X線散乱(SAXS)測定システムをエンドステーションに備え、学内・外に利用を開放している共同利用設備である。九州大学シンクロトロン光利用研究センターが所管しており、平成23-26年度においては、特別経費(プロジェクト分)「放射光分析支援グリーンマテリアル研究拠点形成」(代表 寺岡靖剛 教授)により、九大BLの維持・高度化、専任人員の雇用、及び利用研究を推進した。平成27年度は、九州大学の学内経費から配分された予算により運営を行った。九大BLの利用においては、今後の運営の一部自立化を目的として、プロジェクト利用枠(無料)を廃止し、有料の利用枠のみとした。一方で、平成25年度から文部科学省光・量子融合連携研究開発プログラム「量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーション」(代表 高原淳 教授)を継続して推進しており、平成27年度においても高度計測法の開発・整備、及び最先端ソフトマテリアル研究を推進した。

### 2. 九大BL (BL06) の状況

XAFSにおいては、昨年度までと同様に、透過法・転換電子収量法・部分蛍光収量法、及びエネルギー掃引としてstep・quickスキャンが引き続き利用可能である。ガス供給・除害設備については、一部改造を実施した。除害用の吸着ビーズを対応品と交換したことにより、従来利用可能であった、 $H_2$ 、 $O_2$ 、 $CO$ 、 $CH_4$ 、 $SO_x$ 、 $NO_x$ ガスに加えて $H_2S$ ガスも利用可能となった。高温セルと組み合わせたin-situ実験が平成27年度に実施された。

SAXSでは、従来通り、二次元検出器にイメージングプレート(IP、R-AXIS IV)が利用可能であり、カメラ長は、0.2-2.6 mの範囲で段階的に変更できる。ま

た、試料直後(カメラパス前面)に設置したフラットパネルセンサにより、広角散乱(WAXS)の測定が可能であり、SAXS-WAXS同時測定も利用可能である。

九大BL活用の新しい展開として、X線イメージングの整備に着手し、X線2次元カメラ(浜ホト、C12849-101U)を導入した。性能は、ピクセルサイズ  $6.5 \mu m$ 、ピクセル数 2048(H)×2048(V)、読み出し速度 30 fps (USB接続)である。X線透過像による2Dイメージング、及びCT再構成による3Dイメージングの整備を平成28年度に計画している。

### 3. 平成27年度の高度化

九大BLのSi(111)二結晶分光器からの3次光を低減するために、Crコート(膜厚100 nm)の平板ミラー(全長200 mm)を導入した。実験ハッチ内の真空パス途中に小型真空チェンバーを設置し、チェンバー内の2軸(回転・鉛直)ステージにミラーを固定した。2-4 keVを利用するXAFS実験では、光学輸送部のM2ミラー(Rhコート、ベントシリンダー)と合わせて利用される。図1にM2、Cr平板ミラー、及びこれらに乗じた反射率を示した。CXROのデータベースを利用し、それぞれ視射角0.3度(M2)、0.6度(Cr平板ミラー)での計算値である。Crのカットオフにより、5 keV以上のX線の反射率が減衰されることが

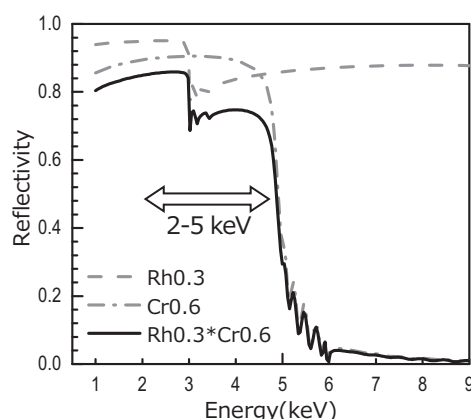


図1 高次光除去ミラーを組み合わせた反射率

分かる。これにより、M2の視射角0.3度のビーム集光位置のまま、低エネルギーでの実験を高感度に行うことが可能となった。高次光除去のシステムは、SAXSにおいても利用可能である。2-4 keVのX線によるXAFS及びSAXSを実現するために、試料雰囲気He置換（もしくは低真空）可能で6軸ステージを備えるアクリル製チェンバーのシステムを開発し導入した。ステージ構成は、試料から近い順にRz、Ry、Z、Rx、X、Z（X軸：ビーム直交水平、Y軸：ビーム平行、Z軸：鉛直、Rは回転又はスイベル）である。基板上薄膜試料のXAFS測定、SAXSにおけるGrazing-Incidence (GI)測定への適用が可能である。また、今後計画する反射率測定及びX線CT測定にも利用可能である。平成25年度に導入したPILATUS3 300K (DECTIS Ltd.)について、X線検出下限を2 keVまで引き下げるチューニングを実施した。また、PILATUS用の真空チェンバーを開発し導入した。これらにより、2 keVを下限としたX線2次元像の検出が実現され、前述の高次光除去システム、及びアクリル製チェンバーと組み合わせたTender X-ray（ここでは2-4 keVを指す）を高効率に利用できるシステムが完成した。アクリル製チェンバーから検出器までの写真を図2に示す。また、ベヘン酸銀を試料として、カメラ長1.2 mにおける入射X線2.5、3.0、3.5 keVでのX線散乱像を図3に示す。ベヘン酸銀由来の散乱（第1リング）が2.5 keVにおいて広角側へシフトしていることが確認される。今後、P及びSのK吸収端を利用したASAXS（異常小角X線

散乱）、GI測定等を実施する計画である。

#### 4. 利用状況及び成果

平成27年度は、利用希望を随時受け付ける方式で運用を行った。ユーザー利用件数は、計27件（利用日数67日間）であり、その内、XAFS利用課題17件、SAXS利用課題10件であった。ユーザー利用以外の時間は、新規ユーザー及び関連研究グループによる新規研究利用への準備・高度化として利用された。

九大BLにおける実験結果を基にした研究成果は、これまでの累計として、学術雑誌等における論文28報（紀要・報告書等含む）、学術会議等での招待講演14件、口頭発表54件、ポスター発表63件に上り、7名の学会賞等の受賞となった。教育研究の成果として、博士論文3件、修士論文19件、学部卒業論文11件に九大BLにおける実験結果が使用された。

#### 5. 最後に

Tender X-rayを高効率に利用できるシステムの整備が進捗し、九大BLの独自性を高めつつある。類似のシステムを有するビームラインは、世界的に見ても希少であり、九大の先駆的なマテリアル研究と相まって、今後の高度利用が多いに期待される。平成27年9月には、SPring-8シンポジウムが九大で開催された。九大BL及び当センターが担う役割に期待が一層高まっている。

九州大学シンクロトロン光利用研究センター  
 杉山武晴・吉岡聡・石岡寿雄・西堀麻衣子・  
 高原淳・原田明・永長久寛・  
 副島雄児（センター長）

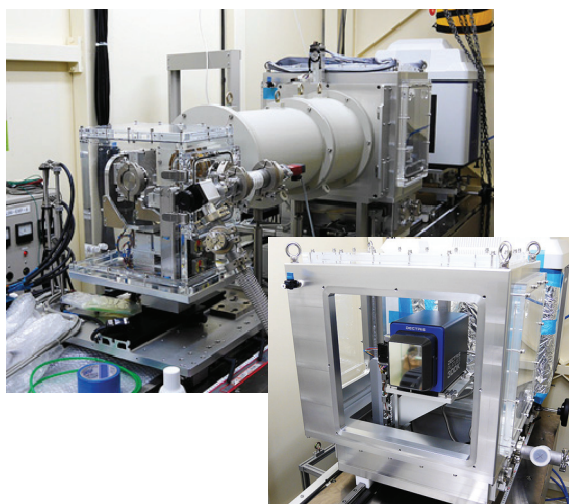


図2 Tender X-ray SAXS システム (写真)

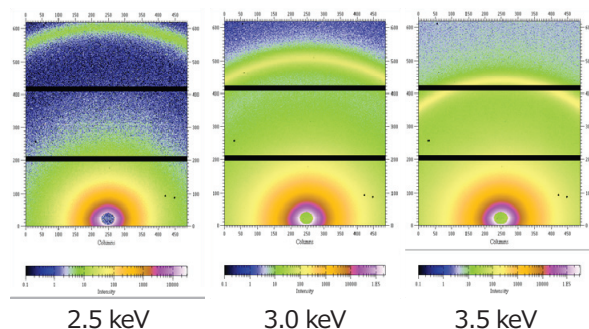


図3 ベヘン酸銀のSAXS結果