

2 県有ビームライン

1. はじめに

2010年11月にBL07の供用を開始したことにより、当初から予定されていた県有ビームラインの整備が完了した。県有ビームラインは偏向電磁石を光源とする4本のビームライン、偏光可変アンジュレータを光源とする軟X線ビームラインと、超伝導電磁石を光源とする硬X線ビームラインの6本のビームラインで構成されている。全ての県有ビームラインがそろったことにより、1.8keV付近のエネルギー領域を除き、30eVの軟X線領域から35keV程度までの硬X線領域に及ぶ幅広いエネルギー領域のX線の利用が可能となった。本報告では、2009年度、2010年度の県有ビームラインの状況について述べる。

2. 全体の概要

表1は2010年末の時点での県有ビームラインの稼働状況についてまとめたものである。

軟X線を利用できるビームラインはBL10、BL12で、

硬X線を利用できるビームラインはBL07、BL11、BL15であり、ビームライン途中に設置された分光器により実験に必要なエネルギーのX線だけを取り出すことが可能である。BL09Aには分光器は設置されておらず、幅広いエネルギー範囲のX線（白色光）を同時に利用することが可能である。それぞれのビームラインでは、X線光電子分光(XPS)、X線吸収分光(XAFS)、X線回折(XRD)などの実験を実施するための様々な実験機器が整備されている。

3. 新設ビームラインBL07の概要 [1、2、3、4]

BL07は超伝導電磁石からのシンクロトロン光を光源とする35keV程度までの硬X線を利用できるビームラインである。20keV以上のX線はこれまでの偏向電磁石を利用した光源では利用することは困難であった。

ビームラインの設置は2008年度末に完了し、2009年度に入ってから、ビームラインの立上げや実験機器の整備・調整を行っている。

表 1 SAGA-LS に設置された 2010 年度末におけるビームラインの状況

ビームライン	光源	分光器	エネルギー範囲	主な実験手法
BL07	W	DCM	5 keV – 35 keV	タンパク質 X 線回折、イメージング (CT)、XAFS
BL09A	BM	なし	白色光 (ピーク 4keV)	照射 トポグラフ (白色、単色)
BL10	U	VLS-PGM	40 eV – 900 eV	光電子顕微鏡、 角度分解光電子分光
BL11	BM	DCM	2.1 keV – 23 keV	XAFS、X 線小角散乱
BL12	BM	VLS-PGM	40 eV – 1500 eV	軟 X 線 XAFS、光電子分光
BL15	BM	DCM	3.5keV- 23keV	X 線回折 (薄膜、粉末)、XAFS

BM : bending magnet、 W : Wiggler、 U : Undulator

DCM : double crystal monochrometer、 VLS-PGM : valid line spacing plane grating mirror

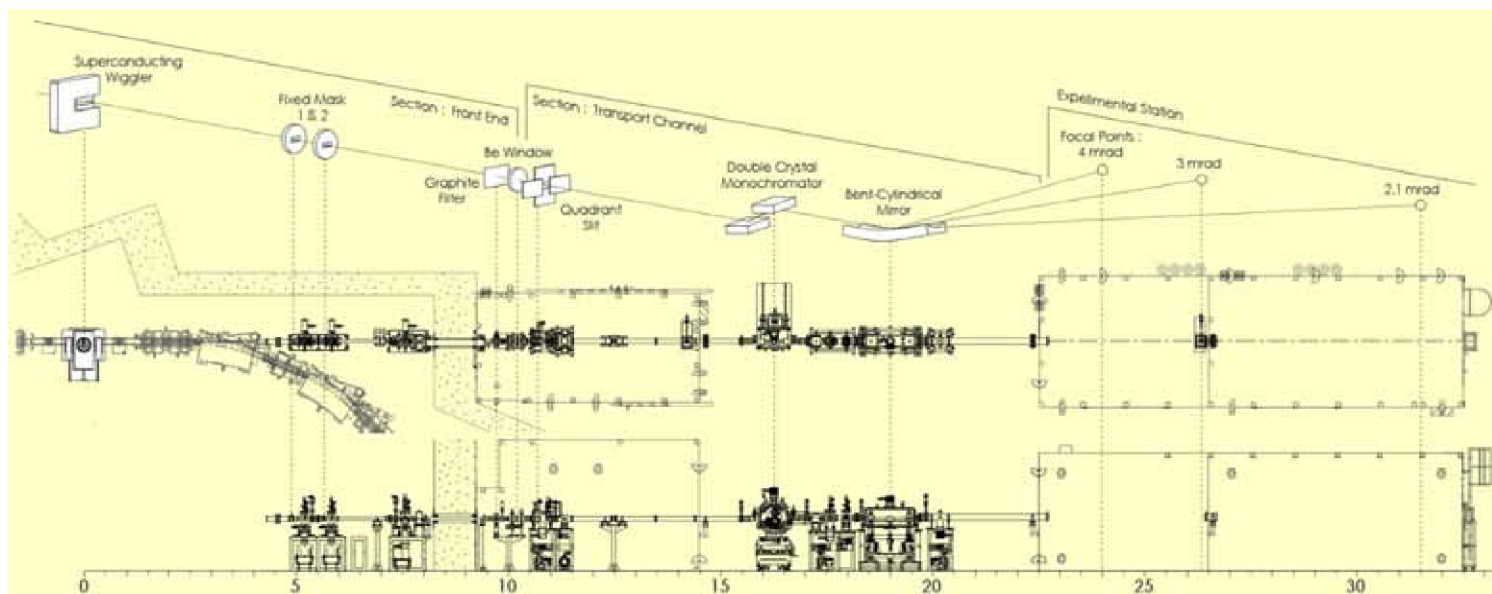


図1 BL07の光学系および機器の配置

図1に本ビームラインの光学系および機器の配置図を示す。ハッチは分光器よりも上流側に白色光を利用できる光学ハッチを、単色化したX線を利用することのできる実験ハッチが分光器の下流側に設置されている。実験ハッチは上流側の実験ハッチ1と下流側の実験ハッチ2に分かれている。分光結晶にSi(220)結晶を用いた2結晶分光器が設置され、分光器下流にはロジウム (Rh) をコーティングした疑似トロイダルミラーが設置されている。図2はBL07を含む硬X線ビームライン (BL07、BL11、BL15) で観測されたX線強度を示したものである。BL07において10keV以上のエネルギー領域でX強度が飛躍的に向上している。

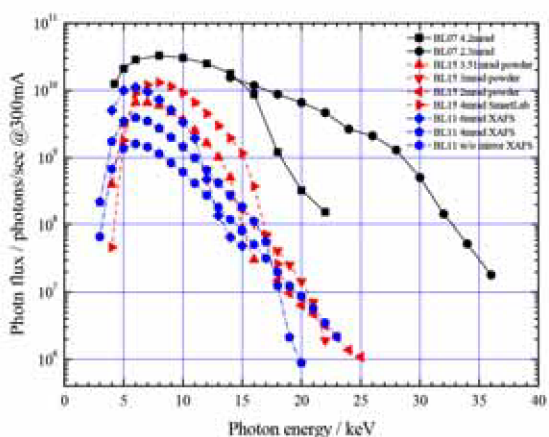


図2 硬X線ビームライン (BL07、BL11、BL15) で測定したX線強度の比較

実験装置として、タンパク質X線回折装置 (図3) が第1実験ハッチに、高エネルギーXAFS測定装置 (図4)、回折強調イメージング (DEI) 装置 (図5) が第2実験ハッチに設置された。DEI装置はBL15で基本技術を確認した後、同装置をBL07に移設したものである。



図3 設置したタンパク質X線回折装置



図4 高エネルギーXAFS測定システム



図5 回折強調イメージング (DEI) 装置

4. 既存BL (BL09A、BL10、BL11、BL12、BL15)

BL09A、BL10、BL11、BL12、BL15では引き続き各種実験装置がユーザー利用に供されるとともに、測定手法の開発や高度化も行われた。以下にその一例を示す。

(1) BL09A [5、6]

BL09Aでは、これまでに開発を行ってきた白色トポグラフィ装置に、新しくSiチャンネルカットモノクロメーターを導入し、白色トポグラフィと単色トポグラフィを短時間で切換え可能なシステムを構築した。これにより結晶中の微小歪みの観測がこれまで以上に短時間で精度良く行うことが可能となった (図6)。

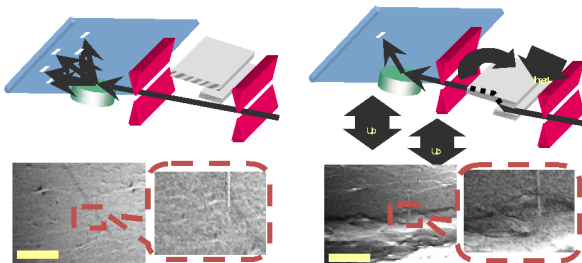


図6 白色X線トポグラフィ配置 (左) と単色X線トポグラフィ配置 (右)

(2) BL10 [7、8、9]

BL10では、2008年度立ち上げたビームライン、およびX線光電子顕微鏡 (PEEM) 装置と角度分解光電子分光 (ARPES) 装置が稼働中である。光源に利用

している偏光可変アンジュレータは様々な偏光の軟X線を発生することが可能である。図7は水平偏光モード (planar mode) および垂直偏光モード (vertical mode) で測定したエネルギーに対するX線強度を示している。数10eVから1,000eVを超える幅広いエネルギー領域でX線の利用が可能である。図8はSi基板上にAuのパターンを形成し、Si L吸収端近傍で入射X線のエネルギーを変えながらPEEM像を観察した結果である。低励起エネルギーでは暗く見えていたSiの領域が、Si L吸収端 (~105eV) を超えたあたりから明るくなっていることがわかる。これは吸収端より高エネルギーのX線を照射することにより試料表面からの光電子の放出量が増えたためである。このように、シンクロトロン光とPEEMとを組み合わせることにより微小領域の元素分布を容易に知ることが可能となる。

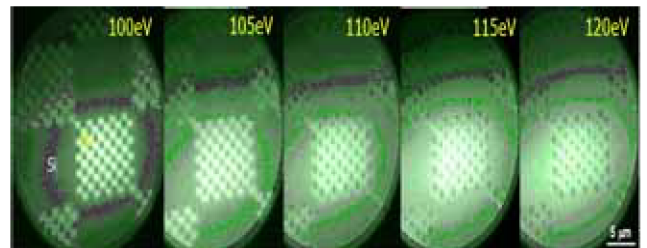
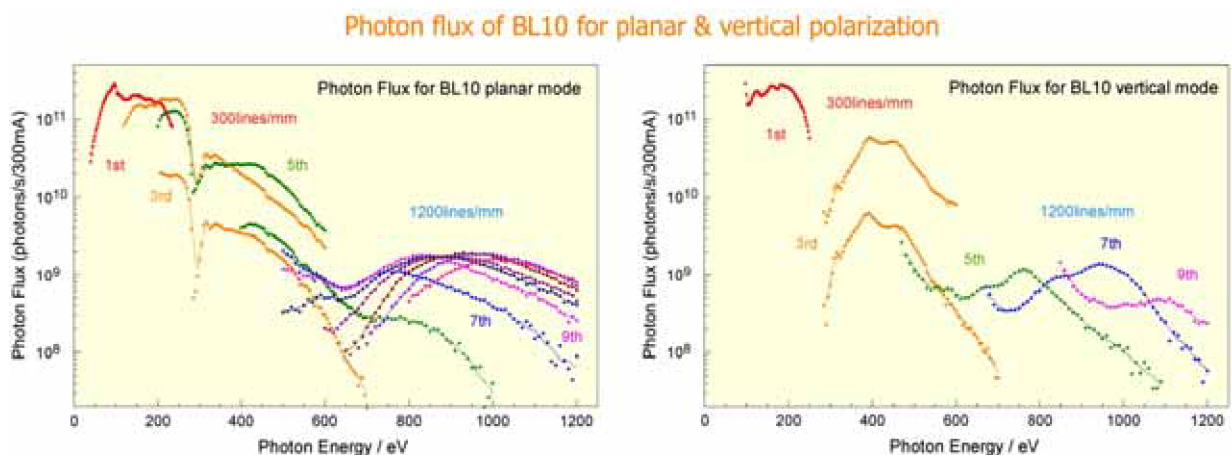


図8 Si基板上に形成したAuパターンから得られるPEEM像の励起エネルギー依存性

図7 BL10偏光可変アンジュレータからの得られた水平、垂直偏光モード時のX線強度



(3) BL11 [10, 11, 12]

BL11ではXAFS測定を中心に、X線小角散乱測定を中心にユーザー利用を行っている。XAFS測定では、通常の透過法、蛍光法、電子収量法に加え、X線の光路全てをHeガスで置換する新たなチャンバーを整備し2~4keVの低エネルギー領域のXAFS測定を可能にした。図9はこのシステムで測定した様々な試料に対する硫黄 (S) K吸収端のXAFSスペクトルである。硫黄の化学結合状態に応じたケミカルシフトが明瞭に観測されている。このシステムでは大気圧下での測定であることから液体試料の測定も可能である。また、Heクライオスタットを用いた低温測定 (20K ~ 室温)、試料加熱装置による高温測定 (室温 ~ 1073K) も可能となった。X線小角散乱測定では、理化学研究所から移設された2次元検出器 (R-Axis IV) を新たに設置し、ユーザー利用に向けて調整中である。

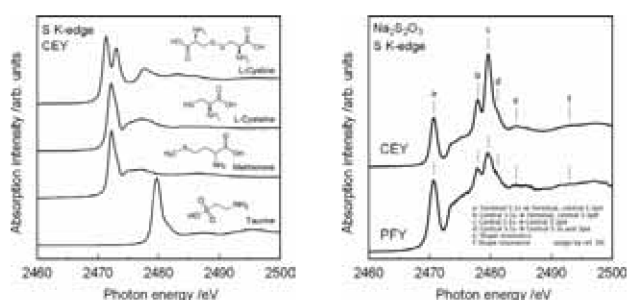


図9 イオウK吸収端 (~2.5keV) 近傍で得られたXANESスペクトルの比較

(4) BL12 [13, 14]

BL12では軟X線領域でのX線光電子分光 (XPS) 測定と吸収端近X線傍微細構造 (NEXAFS) 測定が可能である。図10はBL12で新しく整備した蛍光収量法と通常の電子収量法とで測定した酸化マグネシウム (MgO) のO K-edge NEXAFSスペクトルである。X線を照射したときに発生する蛍光X線と光電子をそれぞれ測定する手法であるが、前者は物質中の平均自由行程が長く、また後者は短いことから、蛍光X線収量法ではバルク敏感な、また電子収量法では表面敏感な測定を行うことができる。また、蛍光X線は試料のチャージングの影響を受けないことから絶縁物の測定が可能である。

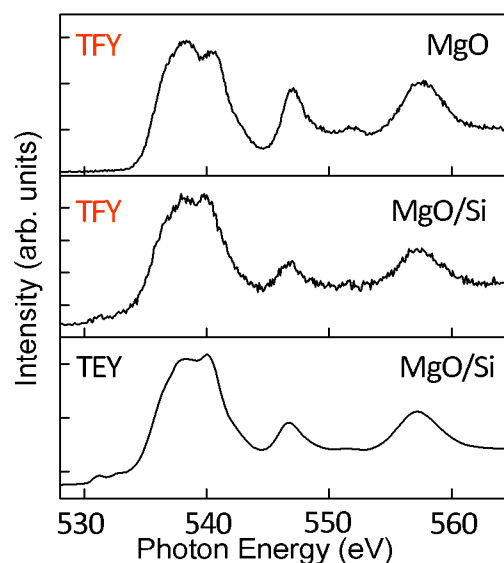


図10 電子収量法および蛍光法で測定したMgO単結晶からのO K-edge NEXAFSスペクトル

(5) BL15 [15]

BL15では当初、硬X線を利用する様々な実験が行われていたが、XAFS測定を主にしたBL11が新たに整備されたことや、BL07で高エネルギーの硬X線が利用できるようなったことから、硬X線を利用する測定手法について各BLの役割を見直し、BL15においては、ユーザーインターフェイスの優れた市販のX線回折装置をシンクロトロン用に改造した装置を新たに導入した。図11はBL15に新しく整備した回折装置の全体写真である。本回折装置では薄膜X線回折実験や粉末X線回折実験を行うことが可能である。また、2次元検出器 (PILATUS) を整備したことにより、X線回折強度の2次元分布測定や時分割測定を行うことが可能となった。

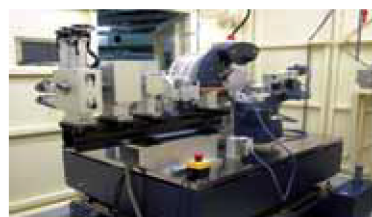


図11 BL15に導入した薄膜・粉末X線回折装置

5. まとめ

2009年度には超伝導電磁石を光源とする新しいビームラインが整備され、2010年度初めからユーザー利用に向けた調整が行われ、同年11月よりユーザー利用が開始された。これにより当研究センターにおいても20keVを超えるX線の利用が可能となり、既存のビームラインに加え、シンクロトロン光利用の適用範囲が拡大した。

参考文献

- [1] 河本正秀, 隅谷和嗣, 岡島敏浩, “SAGA-LS超伝導ウィグラーを用いた高エネルギーX線ビームラインの建設”, 第23回日本放射光学会年会放射光合同シンポジウム予稿集, p.63.
- [2] 河本正秀, 隅谷和嗣, 岡島敏浩, “SAGA-LSバイオ・イメージングビームライン(BL07)の立ち上げと現状”, 第24回日本放射光学会年会放射光合同シンポジウム予稿集, p.126.
- [3] 河本正秀, 隅谷和嗣, 岡島敏浩, “バイオ・イメージングビームライン(BL07)の現状”, 第5回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.110-111.
- [4] 隅谷和嗣, 河本正秀, 米山明男, 平井康晴, “BL07の高エネルギーX線を用いた回折強調イメージング法の開発”, 第5回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.112-114.
- [5] 石地耕太郎, 川戸清爾, 岡島敏浩, 平井康晴, “白色/単色複合機能X線トポグラフィ装置の開発”, 第23回日本放射光学会年会放射光合同シンポジウム予稿集, p.136.
- [6] 石地耕太郎, 川戸清爾, 平井康晴, “白色/単色X線トポグラフィシステムの開発”, 第4回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.82-83.
- [7] 吉村大介, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, “SAGA-LSアンジュレータ利用軟X線ビームライン (BL10)”, 第4回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.84-85.
- [8] 吉村大介, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, “軟X線アンジュレータビームライン (BL10) の現状”, 第5回九

州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.124-125.

- [9] 瀬戸山寛之, 吉村大介, 岡島敏浩, “BL10におけるアンジュレータ光利用光電子顕微鏡装置”, 第5回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.126-127.
- [10] 岡島敏浩, 大谷亮太, “大気圧下における軟X線XAFS”, 第71回分析化学討論会講演要旨集, p.74.
- [11] 岡島敏浩, 大谷亮太, “溶液中に含まれるイオウ化合物の化学結合状態の評価”, 分析化学会第59年会講演要旨集, p.148.
- [12] 岡島敏浩, 大谷亮太, “イオウを含む有機化合物のXAFSによる構造解析”, 第46回X線分析討論会講演要旨集, p.223.
- [13] 小林英一, 岡島敏浩, “軟X線領域の全蛍光収量法による酸化マグネシウムの研究”, 第5回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, p.128.
- [14] 小林英一, 岡島敏浩, “全蛍光収量法を用いた絶縁材料及び薄膜の分析”, 第24回日本放射光学会年会放射光合同シンポジウム, p.99.
- [15] 馬込栄輔, 隅谷和嗣, 岡島敏浩, “BL15における薄膜・粉末X線回折装置の整備状況”, 第5回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, pp.121-123.

ビームライングループ
岡島 敏浩