

4 九州大学硬X線ビームライン (BL06 ; 九州大学)

1. 九州大学シンクロトロン光利用研究センター

九州大学シンクロトロン光利用研究センターは、九州大学硬X線ビームライン (以下、九大BL) の運営母体として、また、九大BLの効率的な利活用による九州大学の教育研究の高度化の推進母体として、平成21年7月に設立された。当該センターは、学内の工学、総合理工学を始めとする各部局から計30名が参加するオール九州大学体制で構成される。平成23-26年度において特別経費 (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) を獲得し、九大BLの維持・高度化、専任人員の雇用、および利用研究を推進した。平成25年度からは、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) を開始し、ビームラインの更なる高度化と最先端ソフトマテリアル研究を推進している。

2. 九州大学硬 X 線ビームライン

2-1 概要

九大BLは、物質のナノ構造解析装置としてのX線吸収微細構造 (XAFS) 測定システム、およびメソ構造解析装置としての小角X線散乱 (SAXS) 測定システムをエンドステーションに備え、九大学内はもとより、学外の研究者も利用できるビームラインである。

SAGA-LS/BL06の偏向電磁石 (臨界エネルギー: 1.9 keV、水平取込角度: 5 mrad) を光源とし、Si(111)の二結晶分光器を利用して2.1-23 keVの範囲の単色光を取り出すことができる。光学系には、2枚のベンツシリンダー型ミラー (M1およびM2) を備える。上流側に設置するM1は、Ptコート of のミラーであり SAXSに利用する。実験ハッチ内の下流側 (ビームストッパー部) に集光するよう設計・調整されている。下流側に設置するM2は、Rhコート of のミラーであり

XAFSに利用する。実験ハッチ内には、上流側および下流側に計2台の実験架台を設置する。下流側実験架上には、高精度多軸試料ステージを設置し、試料位置の制御に使用する。

2-2 X 線吸収微細構造 (XAFS)

XAFSでは、エネルギーの掃引方法としてstep スキャンに加えquickスキャンを利用でき、透過法、転換電子収量法、および部分蛍光収量法と組み合わせた測定が可能である。部分蛍光収量法では、単素子シリコンドリフト検出器 (SDD、VORTEX-90EX) を利用でき、波高分析器 (DXP Mercury) と組み合わせることで目的の元素の蛍光X線の強度からXAFSスペクトルを取得する。また、試料由来の蛍光X線が複数重なり分離が難しい場合のために、蛍光スペクトルを入射エネルギー毎に全て記録し、測定後の解析処理から目的元素のXAFSスペクトルを抽出する手法の整備を進めている。ガス供給・除害設備を備え、 H_2 、 O_2 、 CO 、 CH_4 、 SO_x 、 NO_x を利用できる。 N_2 もしくは He での希釈も可能である。また、 H_2S も今後利用可能になる予定である。ガス設備と800°Cまで昇温可能なガラス製セルを組み合わせたin-situ実験が新規触媒や水素吸蔵合金等の研究に利用されている。 He 置換チェンバーを利用して、2.1-4 keVでの測定が可能である。特に、P (2.1 keV) およびS (2.4 keV) のK吸収端を測定できることは、九大BLの特徴となっている。その他、低温バスサーキュレーターによる低温・高温制御システムや液体窒素冷却測定システムを整備しており、試料環境の制御が可能である。

2-3 小角 X 線散乱 (SAXS)

SAXSでは、二次元検出器にイメージングプレート (IP、R-AXIS IV) を備える。カメラ長は、0.2-2.6 mの範囲で段階的に変更できる。標準的な条件では、入

射X線の波長を0.138 nm (8.98 keV)、カメラ長を2.6 mとすると、 $2\theta=1.65^\circ$ (散乱ベクトル $q=2.62 \text{ nm}^{-1}$)までの範囲を計測できる。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。試料ステージは、XAFSと併用であるため、試料位置の精密制御および試料温度の制御が可能である。

3. 外部競争的資金による整備

九大BLは、外部競争的資金の支援により一層の高度化が進捗した。平成25年度に導入したPILATUS300Kおよび4素子SDDにより、SAXSおよびXAFSの高速・高感度化を達成した。平成26年度には、二結晶分光器からの高次光を低減するために、Crコートの平板ミラー(全長200 mm)を実験ハッチ内の真空パスに導入し、2.1-4 keVを利用する計測の高感度化を達成した。平成27年度には、試料雰囲気 He 置換(もしくは低真空)可能で多軸ステージを備える試料環境制御システムを開発し導入するとともに、PILATUSの検出下限を2 keV程度まで拡大するチューニングを実施し、PILATUS用真空チャンバーを整備する計画である。これらにより、PまたはSのK吸収端を利用したASAXS(異常小角X線散乱)測定、更にはGrazing-Incidence (GI)測定を実現し、特に、ソフトマテリアルにおける階層構造・結晶性・配向性・架橋構造のワンストップ解析を実現する。(図1)

4. 利用状況及び成果

平成26年度の利用課題件数は、計52件であった。その内、35件がXAFS利用課題、17件がSAXS利用課題であった。また、九大BLを訪れた利用者数は延べ258名であった。

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19報(紀要・報告書等含む)、学術会議等での招待講演8件、口頭発表39件、ポスター発表33件に上り、6名が学会賞等を受賞した。また、高原淳教授が九大としては初めてアメリカ物理学会フェローに選ばれた。教育研究の成果としては、博士論文1件、修士論文15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

軟X線と硬X線の境界領域である2 keV付近は、Tender X-rayと呼ばれ、PやSの分析ができることから、近年、特に注目されている。九大BLが得意とするこの領域の分析性能を更に先鋭化し、九大はもとより各研究機関・企業のマテリアル研究と融合した最先端の研究・開発の推進が期待される場所である。

九州大学シンクロtron光利用研究センター
 杉山武晴・神谷和孝・花田賢志・吉岡聡・石岡寿雄
 ・西堀麻衣子・副島雄児・高原淳・寺岡靖剛
 ・原田明(センター長)

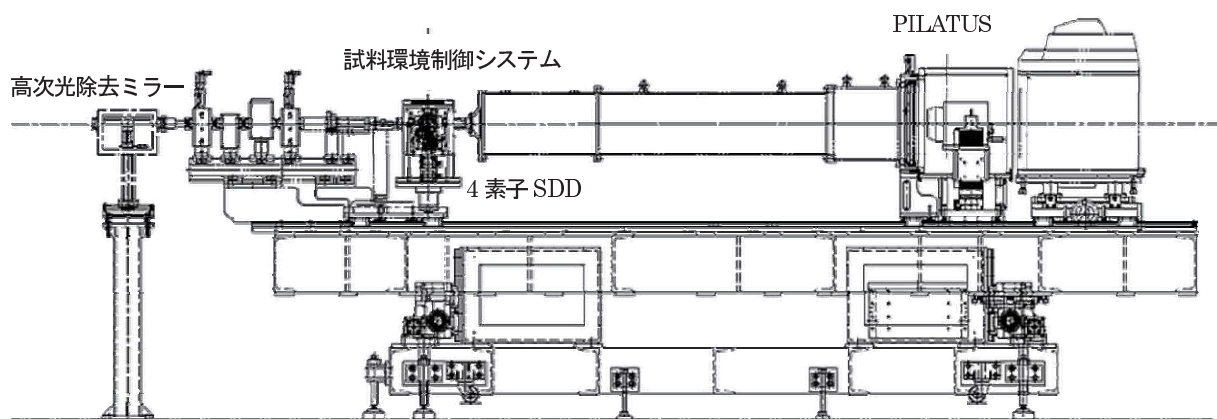


図1 九大BL Tender X-ray GI-ASAXシステム構想図