

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。

平成25-29年度において文部科学省光・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) を実施した。本プログラムにより、X線2次元検出器 (PILATUS3 300K) 等が整備され、また、Tender-X線 (2-4 keV) 利用計測の高感度化が進捗した。平成29年度からは、九州大学超顕微解析研究センターが参画する文部科学省「超顕微科学研究拠点事業」(代表 大阪大学超高压電子顕微鏡センター) との連携を開始した。

2. エンドステーションの高度化および新たな整備

2.1 Tender X-ray in-situ XAFSシステムの開発

排ガス浄化触媒において硫黄被毒の影響を調べるため、高温・反応性ガス雰囲気下の触媒表面の硫黄の状態を測定するためのin-situ実験システムを開発した。硫黄のK吸収端は、2.4 keVであり、大気中のX線

透過率が著しく低い領域であるため、入射X線および試料からの蛍光X線を透過させるHeパスを開発した。縦型試料昇温ガラスセル (幕張理化学製作所) にHeパスを組み合わせ、入射X線からX線検出器 (SDD) までの光路から大気を排すとともに、SDD側のパス部を水冷するシステムとした。縦型試料昇温ガラスセルは、反応性ガス雰囲気下で700°C程度まで試料の昇温が可能であり、また、試料昇温部とXAFS測定部が離れており内部で試料位置を移動できる設計である。Tender X-rayを利用するin-situ XAFS(蛍光法)を実現しており、P-K (2.1 keV)、Cl-K (2.8 keV)、Pd-L3 (3.2 keV) 等にも適用可能である。

2.2 イメージングXAFSの整備

触媒/担持体の状態分布を可視化・解析することを目的に、X線エネルギーの掃引とX線CTを組み合わせたイメージングXAFS法の構築を進めた。関連グループの研究プロジェクトの下、2次元カメラ (C13440-20CU、浜ホト) を導入するとともに、X線シンチレーター (LuAG) および対物レンズ (倍率



図1 Tender X-ray in-situ XAFS(蛍光) cell

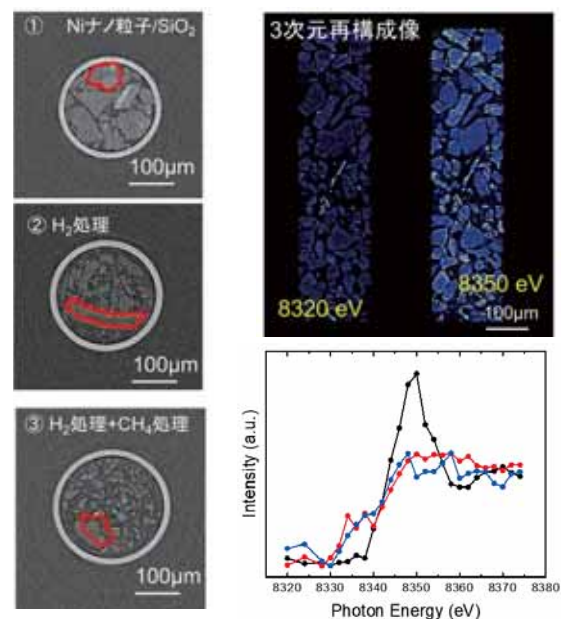


図2 NiO/SiO₂の再構成画像およびXAFSスペクトル

10倍)を組み合わせた拡大光学系を開発し、実効空間分解能(2D) 0.52 μm を達成した。図2に、NiO/SiO₂材料について取得した再構成断層画像、および再構成画像のコントラストから抽出したXAFSスペクトルを示す。再構成断層画像では、試料2次(以上)粒子の形状と分布状態が観察できている。また、XAFSスペクトルは、H₂処理およびCH₄処理前後で異なっており、Niの化学状態が異なっていることが確認される。今後、試料の昇温システムを導入するとともに、反応性ガスフロー環境を構築し、in-situでのイメージングXAFSの実現を計画している。

2.3 XRDの整備

九大BLの新たな計測法としてXRDの整備を進めた。平成30年度の学内予算措置(学長リーダーシップ経費・若手研究者研究環境整備経費「物質・材料科学研究者に係るシンクロトロン光ビームラインの整備」)により、同軸2軸ゴニオメーター(神津精機製)および高速2次元X線カメラ(HyPix-3000、リガク)を導入した。薄膜試料等に使用できる多軸試料ステージに加え、キャピラリースピナーを別途整備し、粉末X線回折も可能にしている。試料加熱機構についても整備を進めている。各種試料のXRDを実現するとともに、エネルギー(波長)掃引と組み合わせたX線異常散乱(DAFS)解析の整備を進めている。

3. 利用状況及び成果

平成30年度は、SAGA-LSの稼働期間に合わせて利用課題を年3回公募する方式で九大BLの運用を行った。ユーザー利用件数は、年間計48件(利用日数計96日間)であり、その内、XAFS利用課題46件、SAXS利用課題2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65報(紀要・報告書等含む)、学術会議等での招待講演29件、口頭発表114件、ポスター発表125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5件、修士論文38件、学部卒業論文19件に九大BLにおける実験結果が使用された。

4. シンクロトロン光シンポジウム

九州大学のエネルギー研究教育機構の活動の一環として、九州大学エネルギーウィーク2019を昨年度に引き続き開催した。当センターは、九州大学グリーンテクノロジー研究教育センターとの合同で筑紫シンポジウム(副題:グリーンテクノロジーと先端計測科学の交差点)と題して、平成31年2月1日に九州大学筑紫キャンパスの筑紫ホールにて開催した。吉野彰九州大学訪問教授(旭化成株式会社フェロー)の基調講演をはじめ、中嶋直敏九州大学名誉教授、尾嶋正治東京大学名誉教授、松村晶教授(九州大学)、S. T. Oyama教授(東京大学)、および古山通久氏(物質・材料研究機構、ユニット長)からグリーンエネルギー・テクノロジーおよび最先端計測を中心とした講演をいただき、各種議論を行った。(図3集合写真等)

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

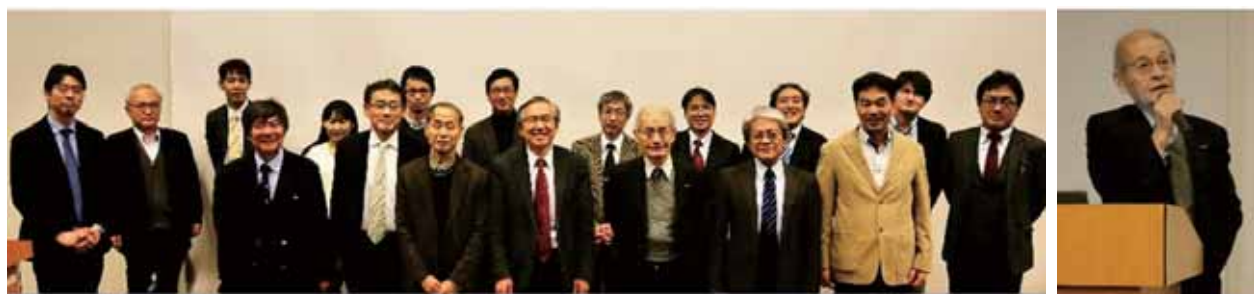


図3 九州大学エネルギーウィーク2019 筑紫シンポジウム(九州大学筑紫ホール)

(左) 集合写真 (右) 吉野 彰 訪問教授