

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) との連携を開始するとともに、九州大学超顕微解析研究センターとの合同シンポジウム(後述)を開催し、シンクロtron光利用分析と電子顕微鏡との融合研究について議論した。

2. 高度化および利用研究

ガス雰囲気・温度制御の下、触媒/担持体の状態分布を解析することを目的に、イメージングXAFS法の構築を進めている。これまで、X線2次元カメラ (C12849-101U、浜ホト) および高精度試料回転ステージ (神津精機) を整備し、CT画像再構成による断層画像の取得を実現した。本年度は、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) を新たに導入するとともに、X線シンチレータおよび対物レンズを組み合わせた拡大光学系を開発し、X線エネルギー掃引と組み合わせたイメージングXAFSの構築を進めた。対物レンズには、拡大倍率10倍、X線シンチレータには、LuAG結晶 (厚さ1 mm) を使用した。

性能評価として測定したNiメッシュ (500LPI) の

透過像を図1(a)に示す。透過像測定によりメッシュ形状が鮮明に取得でき、シンチレータおよびカメラを含めた感度、拡大系光学系が有効に機能していることを確認した。更に、Ni K吸収端 (8332 eV) 付近で入射X線エネルギーを変化させ、各エネルギーで取得した2Dイメージ中のNiメッシュ部分の吸収率変調を図1(b)に示す。吸収率の変化はXAFSスペクトルに相当する変調を与えると考えられ、図1(b)のNiメッシュの結果は、Ni金属箔のXAFSスペクトル形状とよく一致している。X線エネルギーの走査による2Dイメージの結果からXAFS情報が取得可能であることが確認できた。更に、図2のように試料ステージに回転機構を主とする多軸自動ステージを用い、連続回転像からの

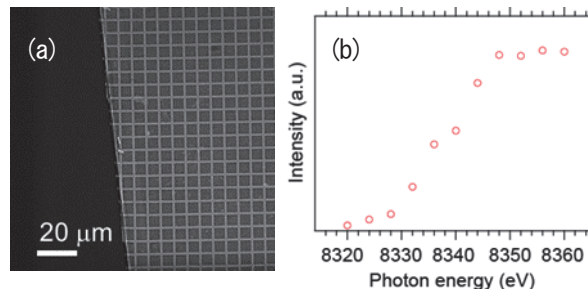


図1 (a) Ni mesh の2D透過像、(b) 入射X線エネルギー変化による mesh 部分のX線吸収率変化

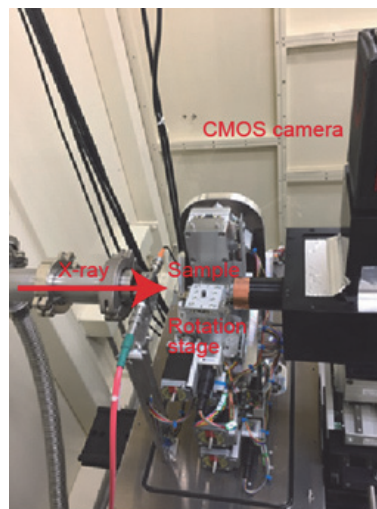


図2 イメージングXAFSシステム

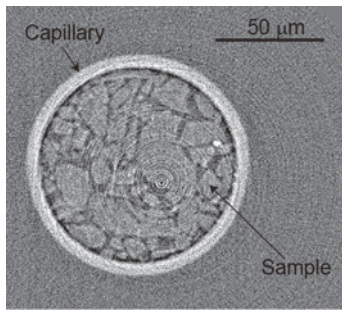


図3 NiO/SiO₂の3次元再構築断層画像

CT法によって、3次元像取得システムを構築した。NiO/SiO₂材料について取得した再構成断層画像の結果を図3に示す。測定では、試料を直径100 μmのキャピラリーに充填し、0.1°/stepで1800枚の連続回転像を取得した。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。

今後は、システム構築では、像取得速度向上のための検出感度の向上、データ処理環境の整備を行う予定である。また加熱環境を構築し、in-situでの実験に着手する計画である。

3. 利用状況及び成果

平成29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36件（利用日数計118日間）であり、その内、XAFS利用課題30件、SAXS利用課題6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60報（紀要・報告書等含む）、学術会議等での招待講演22件、口頭発表103件、ポスター発表120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4件、修士論文36件、学部卒業論文16件に九大BLにおける実験結果が使用された。

4. シンクロトン光シンポジウム

九州大学が平成28年度に創設した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2018を昨年度に引き続き開催した。本年度は、当センターおよび九州大学超顕微解析研究センターとの合同シンポジウムとして、平成30年2月1日に九州大学伊都キャンパス稲盛財団記念館にて開催した。上海科技大学の寺崎治教授の特別講演をはじめ、中川敦史教授（大阪大学）、北川宏教授（京都大学）による講演、また、ユーザーによる講演・ポスター発表を行い、シンクロトン光と電子顕微鏡の最先端研究利用および今後の融合研究の展開に関する議論を行った。（図4集合写真およびポスター会場風景）

九州大学シンクロト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）

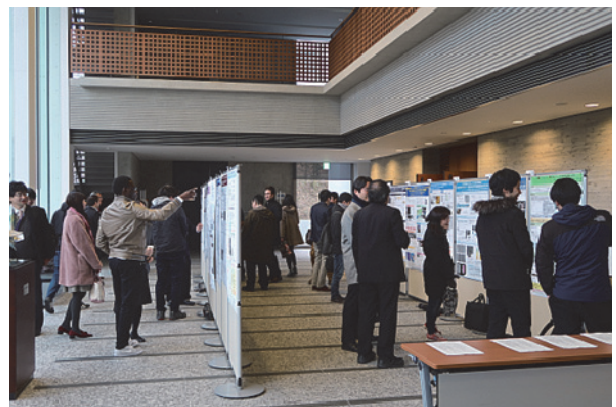


図4 九州大学エネルギーウィーク2018 合同シンポジウム（九州大学稲盛記念）
 （左）シンポジウム参加者による集合写真 （右）ユーザーによるポスター発表風景