

県有ビームラインこの1年

岡島 敏浩

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

2018年度における電子蓄積リングの運転時間は2,163 時間、うちシンクロトロン光の利用時間（通常運転）は1,594 時間であった。加速器の運転は通常、月曜日から金曜日まで行っており、土日と祝日は原則運転停止日である。また、月曜日はマシンスタディ、火曜日から金曜日にユーザー利用が行われている。シンクロトロン光利用時の通常運転時では、午前10 時から午後9 時が利用時間で、火曜日は午後3 時に一旦蓄積電流を廃棄し、再入射を行う2 回入射（利用時間9.5 時間/日）を行っている。その他の曜日は1 回入射（利用時間11 時間/日）である。

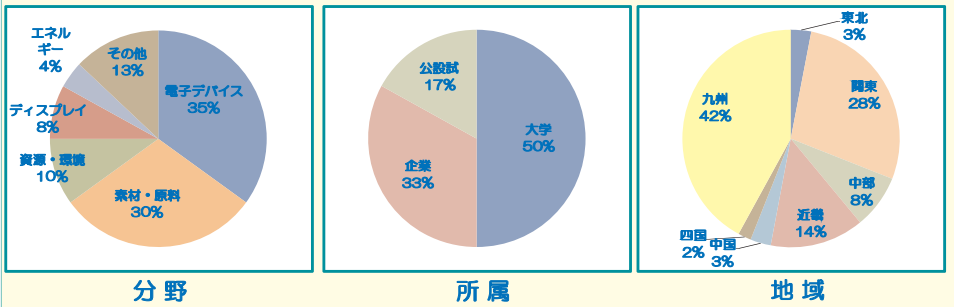
2018年度第2期までの県有ビームライン全体の利用課題数は105 件であった。利用時間の比率としておおよそ大学が50%、企業33%、公設試17%であった。また、利用分野では、多いものから電子デバイス(35%)、素材・原料(28%)、資源・環境(11%)、ディスプレイ(10%)であった。SAGA-LS では、これらの利用の他に、試験研究のための内部スタッフの利用枠を設けたり、また、2016 年度からは、文部科学省が推進する光ビームプラットフォーム（シンクロトロン光：6 機関とレーザー：2 機関）に参画し、XAFS 測定のラウンドロビン実験を行うなどして、利用者の利便性向上に向けた取り組みを日常的に行っている。

ポスターでは、2018 年度の年間を通した実績について報告する。

● SAGA-LS実験研究棟1F



● ビームラインの利用状況(2018年度)：利用時間1,594時間（146件）



● ビームラインの概要

ビームライン	光源 ^{a)}	単色器	光子エネルギー	実験手法	設置者
BL06	BM	2結晶分光器	2.1 keV - 23 keV	XAFS, SAXS	九州大学
BL07	W	2結晶分光器	5 keV - 35 keV	XRD, XAFS, Imaging	佐賀県
BL09	BM	— C.C.M. ^{b)}	白色 (ピーク: 5 keV) 5 keV - 20 keV	LIGA process, Topo	佐賀県
BL10	U	VLS-PGM ^{c)}	30 eV - 1200 eV	PEEM, ARUPS	佐賀県
BL11	BM	2結晶分光器	1.75 keV - 23 keV	XAFS, SAXS	佐賀県
BL12	BM	VLS-PGM ^{c)}	40 eV - 1500 eV	XPS, XAFS, etc.	佐賀県
BL13	U	VLS-PGM ^{c)}	15 eV - 800 eV	ARPES, etc.	佐賀大学
BL15	BM	2結晶分光器	2.1 keV - 23 keV	XAFS, XRD, Topo	佐賀県
BL16	W	2結晶分光器	1.8 keV - 35 keV	XRD, XAFS, etc.	住友電工
BL17	BM	VLS-PGM ^{c)}	40 eV - 3000 eV	XPS, XAFS, etc.	住友電工

a) BM：偏向電磁石、U：アンジュレータ、W：ウィグラー

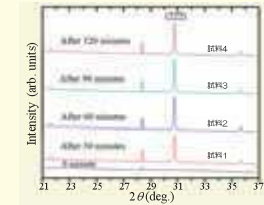
b) C.C.M.：チャンネルカット型モノクロメーター

c) VLS-PGM：不等刻線間隔平面回折格子分光器 (Varied-line-spacing plane grating monochromator)



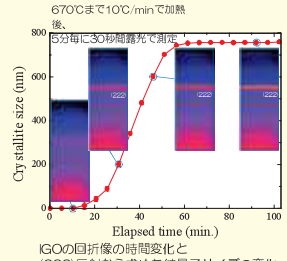
● In-situ XRD計測 (BL15)

従来のXRD測定 (2θ -走査法)



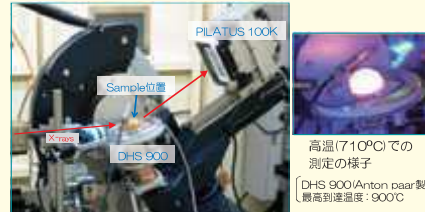
試料1：30分加熱→除冷→XRD測定
試料2：60分加熱→除冷→XRD測定
試料3：90分加熱→除冷→XRD測定
試料4：120分加熱→除冷→XRD測定

In-Ga-O(In:Ga=2:1)薄膜のIn-situ測定



GOの回折強度の時間変化と(222)反射から求めた結晶サイズの変化

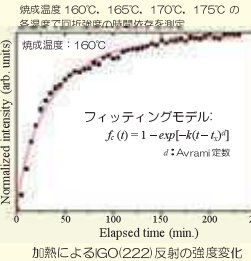
BL15でのIn-situ XRD測定



In-situ XRD測定の様子

In-Ga-O(In:Ga)系α-スルホン酸薄膜の加熱による結晶化過程の測定において、従来のXRD測定では、加熱前後の測定のみであった。PILATUS 100K(Dectris製)とDHS 900(Anton Paar製)を用いることで、結晶化過程のIn-situ測定に成功した。

In-Ga-O(In:Ga=9:1)薄膜の結晶化



加熱によるGO(222)反射の強度変化

焼成温度：160℃
結晶化の核形成成長
薄膜内部から
低基板界面から
(Avrami 定数から)

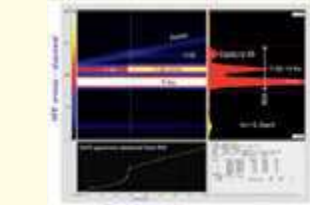
各温度での回折強度の時間依存から結晶化の核形成成長は、焼成温度が高いほど薄膜内部から、低いほど基板界面から起こることを明らかにした。

● 多チャンネル記録による蛍光XAFS測定 (BL07, BL11, BL15)

多成分系試料の蛍光XAFS測定では、観測される蛍光スペクトルのピーク帰属と目的元素ピークのウィンドウングが必要である。蛍光検出器の信号処理系をXAFS計測アプリから同期的に制御することで、「入射X線エネルギー×蛍光スペクトル」を2次元データとして記録するシステムと、その2次元データから目的元素ピークのウィンドウングを「事後」的におこなう処理ソフトウェアを開発した。



蛍光検出器信号処理系制御アプリ：XAFS計測アプリからは「検出器の1つ」として取り扱われる。

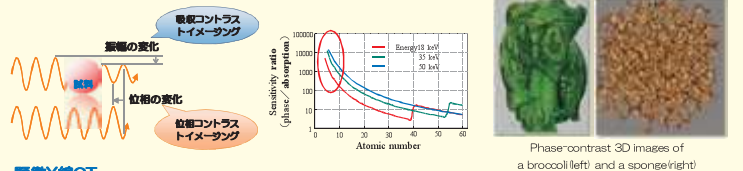


2次元データ処理アプリ：「入射X線エネルギー×蛍光スペクトル」2次元データからROIを確認・設定し「9809」形式で出力する。

● X線CTによる非破壊3次元観察 (BL07)

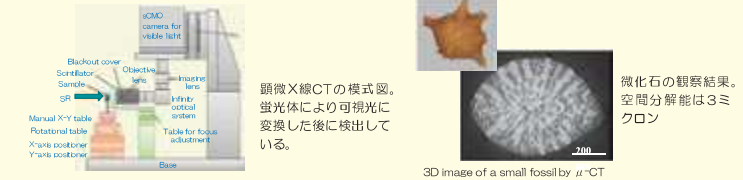
位相イメージング法

位相X線イメージング法は、サンプル透過した際に生じた位相の変化（位相シフト）を画像化する方法で、従来の吸収法に比べて軽元素に対して1000倍以上高感度である。このため、主に軽元素で構成された生体の軟部組織や、有機材料を無造形・高精細に観察することができ。同法の一手法である屈折コントラスト(ICE)を用いてアスバラガスと発泡ポリマーを観察した結果を示す。内部の詳細な茎構造や柱状構造を高精細に描出できている。



顕微X線CT

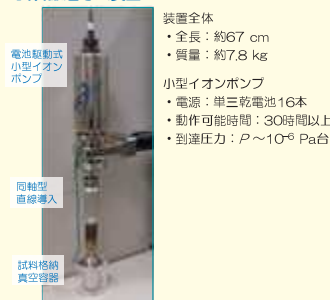
顕微X線CTは、放射光の単色・平行・大強度を利用して非破壊で試料内部の構造をミクロンオーダーで三次元的に可視化する手法である。左図に撮像系の模式図を、右図にエネルギー10 keVのX線を利用して微化石を観察した結果を示す。内部の詳細な構造を描出でき、エッジ部分のラインプロファイルから空間分解能を評価した結果、3ミクロン（画素サイズは1.3ミクロン）であった。測定時間は約4時間である。



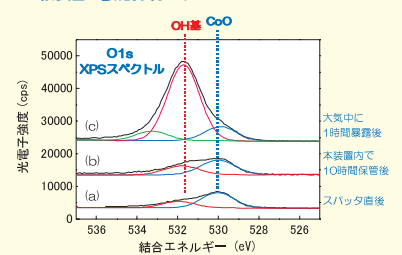
● 可搬型イオンポンプ付き試料搬送導入装置 (BL12)

軟X線を用いた表面分析において、触媒や電極など反応性の高い表面を有する材料は測定前の調整過程で大気暴露による表面汚染や酸化などの問題がある。この様な問題を回避するため、真空中に試料を封じ込め、装置間を移送するための電池駆動可能な小型の超高真空イオンポンプ搭載した可搬型超高真空試料搬送導入装置を開発した。

試料搬送導入装置



Co板表面の酸化抑制効果



本試料搬送導入装置で保管した場合、試料表面の酸化がほとんど起こらない。大気暴露した試料表面はOH基由来の成分が主である。イオンポンプを搭載した試料搬送導入装置を用いることでCo板表面の酸化を1/20以下に抑制できる。