

## 2 県有ビームライン

### 1. 県有ビームラインの現状

7本の県有ビームラインでは表1に示す通りEUV、軟X線、Tender X線、及び硬X線を用いた利用研究が行われている。なお、BL18は過年度より継続的に実施してきた利用再開に向けての整備が概ね完了し、2020年度より利用者受け入れが可能となった。以下に2020年度に実施した主な機器整備について報告する。

#### (1) BL07、BL15 quick XAFS測定システム整備

BL11で開発された高効率なXAFS測定であるQuick-XAFS測定をBL07及びBL15でも実施できるよう、前年度に引き続き信号処理系の整備を行った。本年度は100 MHz対応V-Fコンバーター（図1）とカ



図1 BL15で運用中のV-Fコンバーター

表1 県有ビームラインの概要

ビームライン	光源	光子エネルギー	主な実験手法
BL07 バイオ・イメージング	超伝導ウィグラー (4 T)	5 keV – 35 keV 白色光（ピーク 8 keV）	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ X線イメージング（CT）</li> <li>・ X線回折</li> <li>・ タンパク質X線回折</li> <li>・ 高エネルギーXAFS</li> <li>・ 蛍光X線分析</li> <li>・ 照射（放射線効果）</li> </ul>
BL09 照射・結晶構造	偏向電磁石	白色光（ピーク 4 keV）	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 照射（放射線効果）</li> <li>・ 白色・単色X線トポグラフィ</li> </ul>
BL10 ナノサイエンス	偏光可変 アンジュレータ	40 eV – 900 eV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 光電子顕微鏡</li> <li>・ 角度分解X線光電子分光</li> <li>・ NEXAFS</li> </ul>
BL11 局所構造	偏向電磁石	2.1 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ XAFS</li> <li>・ X線小角散乱</li> </ul>
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ NEXAFS</li> <li>・ X線光電子分光</li> </ul>
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ X線回折（薄膜、粉末）</li> <li>・ X線反射率測定</li> <li>・ 単色X線トポグラフィ</li> <li>・ XAFS</li> </ul>
BL18 EUV光照射	偏向電磁石	~ 92 eV	・ EUV光照射

レントアンプを導入するとともに測定・制御環境の構築を行った。これによりBL07、BL15においてもQuick-XAFS測定が可能となった。なお、主として粉末X線回折を行っているBL15においては、同一試料でXAFS測定と粉末X線回折測定の両方（XAFS・粉末X線回折同視野測定）が実施可能となった。

#### (2)ガス循環精製装置

BL10及びBL12で実施しているX線吸収分光光電子分光は表面敏感な測定手法であるため、試料搬送中の大気曝露等による変質や汚染の防止に留意する必要がある。このため、試料の取り扱いは雰囲気が制御されたグローブボックス内で行っているが、電池材料等では水や酸素がない清浄な雰囲気での取り扱いが必要である。これらの化学的活性が高い材料も変質なく取り扱えるようにするために、グローブボックス内のガスの水分と酸素を除去するガス循環精製装置（UNICO社製 UL-800A）を導入した（図2）。これによりグローブボックス内のガスに残存する酸素は1 ppm以下になるとともに露点も-76°C以下の清浄な雰囲気で化学的に活性な試料の取り扱いが可能になった。



図2 ガス循環精製装置(UL-800A)

#### (3) BL10下流部インターロックシステム

BL10は光電子顕微鏡（PEEM）と角度分解光電子分光（ARPES）が実施できるよう2機の装置がタンデムに設置されているが、これらの機器はビームラインを高真空状態に保つためのインターロックシステムから外れていた。このため、最下流のARPES装置内で真空悪化が発生しても瞬時の対処が困難であるため

上流にあるPEEM装置だけでなくミラーなど光学素子がある輸送部にも真空悪化が及ぶ懸念があった。そこでPEEMやARPES装置で発生した真空悪化の拡大を防ぎ、ビームライン全体の機器を保全するため、測定装置の真空槽も含めて常時真空状態を監視し、真空悪化を検知した際には該当箇所の前後のゲートバルブを自動的に閉じるようインターロックシステムを改めた。このシステム改修に必要な測定装置真空槽の上下流にあるゲートバルブの駆動自動化も併せて行った。この改修により、インターロック表示板に画面（図3）が新たに追加された。



図3 新たに追加された画面

#### (4) BL07高調波除去ミラーシステム

超伝導wiggleを光源とする硬X線ビームラインBL07では、30 keV程度までの高エネルギー域のXAFS測定が可能である。しかし、このビームラインの分光結晶がSi(220)であるため、BL11やBL15では発生しない2倍波が混入する。このため、3d遷移金属元素等を対象にして14 keV以下のXAFS測定を実施する際にはdetune（上流側の分光結晶の角度を下流側の分光結晶の回折条件からずらす）を行う必要があった。しかし、detuneは高調波の低減に伴って基本波の強度も半分以下に低下する犠牲を払う必要がある。そこで、効率的な高調波除去を実現するため、高調波除去ミラーとミラー駆動機能を備えたミラーチャンバーをBL07に導入した。高調波除去ミラー本体は長さ 200 mmのSiインゴットにRhをコートしたもので、これを収めたミラーチャンバーは実験ハッチ2のXAFS定盤上に常設設置した（図4）。

性能評価の結果、利用するエネルギー域に応じたミラー角を選択することにより高調波混入率を1%程度以下に抑えた上で基本波X線強度を殆ど低減することなくK吸収端はCrからXe、L吸収端はPrからBiまでの元素のXAFS測定が可能であることが明らかになった。



図4 高調波除去ミラーチャンバー

#### (5) 小角・広角散乱同時測定用検出器

小角・広角散乱同時測定の実施に向けて前年度BL11に整備した広角・小角散乱同時測定用真空パスノーズの広角部分の窓に取り付ける検出器PILATUS3 X 100K-A (Dectris社)を導入した(図5)。主に小角散乱域の測定に用いられている既設のPILATUS3 X 300Kと同時の使用により、試料温度変化によって発現する構造相転移の時分割測定など、幅広い波数域の散乱パターンを短時間露光で測定する実験が可能になった。



図5 PILATUS3 X 100K-A

## 2.まとめ

2020年度を通じて7本の県有ビームラインの維持管理を行うとともに、県有ビームラインの利用者に対する利用支援を継続的に行った。更に利用者の利便性向上に向けた測定機器の導入とそれらの立ち上げ調整、及び利用技術高度化の研究開発を継続的に行った。

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

廣沢 一郎