

## 5 九州大学ビームライン (BL06 ; 九州大学)

### 1. はじめに

九州大学ビームライン (以下、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) 測定システムを備え、九州大学内はもとより、学外の研究者も利用できるビームラインである。

九大BLは、国立大学法人施設整備費補助金 (大型特別機械整備費) により「地域活性化のためのシンクロトロン光利用実験装置の整備 -九州大学ビームラインの整備-」として建設が予算承認され、また、学内のスタートアップ経費の援助を得て2008年度より建設が開始された。2009-2010年度での調整・試運転を経て、2011年度より本格稼働に入った。2011年度からは、九州大学シンクロトロン光利用研究センターが文部科学省特別経費 (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 (2011-2014年度)」を獲得し、それにより教員・研究員の雇用、九大BLの維持・管理と研究推進、および設備の高度化を進めている。2012年度には、学内の研究者を対象にした利用課題の公募を開始するに至った。

## 2. 九州大学ビームライン

### 2-1 概要

九大BLは、偏向電磁石を光源とする硬X線を利用できるビームラインである [1]。偏向電磁石からの白色光をSi(111)二結晶分光器により分光し、得られる2.1-23keVの単色X線を擬似トロイダルミラーにより集光して実験に利用する。集光ミラーは、焦点位置をXAFS試料位置に設計したRhコートミラー、およびSAXS検出器位置に設計したPtコートミラーの計2枚を設置している。実験ハッチ内には、上流側にXAFS用架台、下流側にSAXS用架台を設置している。XAFS測定では、透過法および転換電子収量法 (CEY) に加

えて、蛍光XAFS (PFY) 測定用のライトルチェンバーおよび単素子シリコンドリフト検出器 (Vortex-90EX、日立ハイテクサイエンス) が利用可能である。SAXS測定では、検出器に300×300mm (ピクセルサイズ0.1×0.1mm) のイメージングプレート (R-AXIS-IV++、Rigaku) を備えており、カメラ長は700-2500mmまで段階的に変更が可能である。また、薄膜、微小試料の高精度な測定位置制御のために6軸の高精度小型自動ステージを備えている。試料位置でのフォトンフラックスは、 $10^{10}$  photons/sec程度である。

### 2-2 2012年度のBL高度化

地球環境・生活環境の浄化のためのプロセス研究、また省エネルギーデバイス研究を行うことを目的としてガス供給・除害設備とオンライン質量分析計の導入を行った。各種ガス ( $H_2$ 、 $O_2$ 、 $CH_4$ 、 $CO$ 、 $SO_x$ 、 $NO_x$ ) を利用したガス反応性実験が可能となり、触媒、センサ等の実雰囲気中での研究に利用され始めている。XAFS計測システムについては、測定の高速度化を目的としてQuick-XAFSの導入を行い、測定時間を1/10程度へ短縮するとともに、in-situ実験への適用を実現した。また、軽元素の測定を目的として、4 keV以下のX線を用いた測定を行うためのHe置換チェンバーを開発し導入した。P、S、Cl、およびK等のK吸収端、Y、Zr、Nb、Mo、Ru、Pd、Ag、CdおよびIn等のL吸収端について、CEYおよびPFYでのXAFS測定が可能である。さらに、蛍光X線検出システムの整備を進め、新たに高速な波高分析器 (Mercury、XIA) を導入した。蛍光X線検出の高効率化を実現するとともに極微量分析への適用を可能にした。SAXS計測システムについては、検出器にX線用CMOSフラットパネルセンサ (C9728DK-10、浜松ホトニクス) を導入し、X線散乱パターンリアルタイム測定を実現した。

ビームラインの性能としては、2012年度に検出感度

の向上や試料周辺の整備を進めたことで、他の類似のビームラインと比較しても遜色ないレベルに到達している。特に、8keV程度より低いエネルギー領域では、SN比の良いスペクトルが得られるため、九大BLの特徴の1つになると考えている。

### 3. 放射光分析支援グリーンマテリアル研究拠点形成

九州大学シンクロトン光利用研究センターは、2011-2014年度で「放射光分析支援グリーンマテリアル研究拠点形成」プロジェクトを推進中である。九州大学は、環境や人に優しい材料、環境改善技術を支える材料、環境に優しいエネルギー技術を支える材料等のグリーンマテリアル（グリーン・イノベーションを先導する材料）に関する研究で世界を先導する成果を発信している。本プロジェクトでは、これをさらに組織的・戦略的に展開するために、地球環境・生活環境の浄化のためのプロセス用「グリーンプロセスマテリアル研究」、省エネルギーデバイス用「クリーンエネルギーデバイス研究」、人間に優しくライフ・イノベーションにも貢献できる「エコソフトマテリアル研究」を三本柱としたグリーンマテリアルという新たな概念を提起している。それらに基づき、九大BLの放射光利用分析は、グリーン・イノベーション創出を先導する研究教育拠点の強化・加速、人材育成の任を受け、さらに共同利用化を目指している。

実施部局となる九州大学シンクロトン光利用研究センターは、5つの研究部門、1つの支援室から構成され、工学、総合理工学、システム情報科学、理学の4研究院、先導物質化学、応用力学、生体防御医学の3研究所、並びに基幹教育院（旧高等教育開発推進センター）から、複担、協力教員を含めて現在31名が参画した理工系オール九州大学体制を敷いている。環境マテリアル研究、エネルギーマテリアル研究、ソフト・バイオマテリアル研究、並びにマテリアル研究のためのシンクロトン光基盤研究、技術開発研究を推進している。

2013年3月には、「グリーンマテリアルワークショップ」と題して、九州大学ビームラインの今後の展開を検討すること、およびXAFSおよびSAXS利用研究の知見を得ることを目的として、各分野で先駆的に研究

を進めている研究者3名に講演を頂き、活発な議論を行った。

## 4. 九大BLの利用

### 4-1 利用について

九大BLは、2012年度より学内の研究者を対象にした利用課題の公募を開始した。利用課題は、SAGA-LSの稼働時期に合わせて1年間を3期（4月から7月を第I期、8月から12月までを第II期、1月から3月までを第III期）に分け公募を行っている。利用区分は、大学及び公共研究機関のうち利用情報の開示が前提となる「公共等利用」、それ以外の「一般利用」、九州大学に所属する教員で前述の放射光分析支援グリーンマテリアル研究拠点形成プロジェクトのテーマに合致する課題に対する「グリーンマテリアル利用」を設定している。課題公募の告知はHPを通じて行い、実験責任者が課題申請書をメールで応募する方式とした。

利用課題の選定は、センター長を委員長とする九州大学ビームライン運用委員会を設置し、実験の実現性および安全性を審査する技術審査、および研究テーマの重要性を審査する課題審査の2段階方式を採用している。課題審査は採点方式とし、毎期のマシンタイムを踏まえて得点上位課題から採択する方式とした。

採択課題については、利用課題代表者が課題別利用計画書を九州大学シンクロトン光利用研究センター経由で九州シンクロトン光研究センターに提出し、その後のフィルムバッチの貸出、入退管理カードの発行は、九州シンクロトン光研究センターが一般ユーザー利用時と同様の手順で行う。九大BLの利用では、九州大学シンクロトン光利用研究センターのスタッフが安全性を十分に確保しながら利用支援を行っている。

### 4-2 2012年度の利用状況

2012年度の九大BLの利用は、年間の総マシンタイム138日間の内、課題利用として101日間、残りを高度化のためのBLスタディとして利用した。課題利用にはセンター関係者の内部利用も含まれる。課題利用のマシンタイムの内、およそ7割がXAFSの利用、3割がSAXSの利用であった。利用課題の年間総数は46件

で、平均すると1件当たり約2日間の利用となっている。利用者として九大BLを訪れた人数は、延べ204人の上った。利用課題の代表者は、全て九州大学の教員であるが、共同研究として学外の研究者も参加している。利用課題の公募を開始した初年度としては、十分な利用実績である。

課題利用の研究分野は、物質・材料科学を始め多岐に渡るが、グリーンマテリアルプロジェクトの3本柱であるグリーンプロセスマテリアル研究、クリーンエネルギーデバイス研究、エコソフトマテリアル研究に大別される。九大BLでの結果を用いた学術論文は既に発表され始めている。例えば、永長久寛准教授は、Mn酸化物系触媒の構造解析を九大BLのXAFSを利用して行った [2]。また、大橋弘範助教は、XAFSでCo触媒の構造解析を行った [3]。九大BLに関連した学術会議での発表は、招待講演、一般口頭発表、およびポスター発表を含めて、これまで16件となっている。

学生の研究教育では、理工系の学部生の卒業論文研究、大学院生の修士・博士論文研究のテーマを、利用課題を通じて九大BLで実施しており、実験の遂行とともに放射光利用分析を修得し、放射光利用研究分野で戦力となる人材の育成を進めている。2012年度では、卒業論文研究3件、修士論文研究7件が九大BLでの実験結果を用いている。学生の所属は、総合理工学府・物質理工学専攻、総合理工学府・先端エネルギー理工学専攻、工学府・エネルギー量子工学専攻、工学府・地球資源システム工学専攻、工学部・エネルギー科学科等である。

## 5. 最後に

九大BLは、現在までで他の類似のビームラインと比較して遜色ない性能を実現するに至っている。学内での公募に加えて、2013年度から学外の公募を開始しており、九大BLの利用は確実に広がっていくと思われる。学術研究としての成果は、今後着実に増加すると思われる、成果を基にした新しい共同研究や連携の開始が期待される場所である。SAGA-LSを始め、SPring-8等の放射光施設、九州地域を始めとする国内外の大学・企業との連携が加速することが予想され、放射光利用研究および人材育成の推進が期待される。

グリーンマテリアルプロジェクトの推進に加えて、新しいプロジェクトもスタートしており、九大BLの計測システムの更なる高感度化および高速化、また、これらを利用した最先端研究の推進が今後一層期待される。

## 参考文献

- [1] 吉岡聰, 石岡寿雄, 「九州大学ビームライン (SAGA-LS BL06) の建設と概要」, 放射光, 25(3), 184-187(2012).
- [2] Hisahiro Einaga, Nanako Maeda, Yasutake Teraoka, "Effect of catalyst composition and preparation conditions on catalytic properties of unsupported manganese oxides for benzene oxidation with ozone", Applied Catalysis B: Environmental, 142-143, 406-413 (2013).
- [3] Tamao Ishida, Tatsuya Yanagihara, Xiaohao Liu, Hironori Ohashi, Akiyuki Hamasaki, Tetsuo Honma, Hiroshi Oji, Takushi Yokoyama, Makoto Tokunaga, "Synthesis of higher alcohols by Fischer-Tropsch synthesis over alkali metal-modified cobalt catalysts", Applied Catalysis A: General, 458, 145-154 (2013).

九州大学シンクロトロン光利用研究センター  
杉山武晴・神谷和孝・花田賢志・富永亜希・大橋弘範・  
吉岡聰・石岡寿雄・西堀麻衣子・高原淳・原一広・  
原田明・寺岡靖剛 (センター長)