

2 県有ビームライン

1. はじめに

2010年度下期に6本目の県有ビームラインであるBL07の供用を開始して以来、全てのビームラインにおいて順調にシンクロトロン放射光の利用を行った。2016年度においても引き続き、シンクロトロン放射光利用技術の高度化を継続的に行った。これらの概要について、以下に示す。

2. 県有ビームラインの現状

表1に県有ビームラインの概要について示す。40 eVから35 keVの幅広いエネルギー範囲で、シンクロトロン放射光を利用した様々な実験が行えるようになっている。

3. 県有ビームラインの高度化・保守

利用者の利便性を高めるために2016年度に行った主な機器導入等の高度化は以下のとおりである。

- ① 散乱実験用検出器 (BL11)
- ② 蛍光XAFS用加熱セル (BL07、BL11)
- ③ 触媒燃焼器

- ① 散乱実験用検出器としてPILATUS3 X 300K (DECTRIS社)を導入した。これは、BL07およびBL15で既に導入されている同社製「PILATUS 100K-S」の上位機にあたり、ピクセルサイズ: 172 μm \times 172 μm の高感度シングルフォトンカウンテ

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	超電導ウィグラー (4 T)	5 keV – 35 keV 白色 (ピーク 8keV)	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線イメージング (CT) ・ X線回折 (多軸回折計) ・ タンパク質 X線回折 ・ 高エネルギーXAFS ・ 蛍光 X線分析 ・ 照射 (加工、放射線効果)
BL09 照射・結晶構造	偏向電磁石	5keV–20keV 白色光 (ピーク 5 keV)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 単色・白色 X線トポグラフィ ・ 照射 (加工、放射線効果)
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"> ・ 軟 X線 XAFS ・ 角度分解 X線光電子分光 ・ 光電子顕微鏡
BL11 局所構造	偏向電磁石	2.1 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ XAFS ・ X線小角散乱 ・ 蛍光 X線分析
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ 軟 X線 XAFS ・ X線光電子分光
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線回折 (粉末、薄膜) ・ X線反射率測定 ・ 単色 X線トポグラフィ ・ XAFS
BL18	偏向電磁石	~92 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ EUV 露光

リング型シリコンフォトダイオード撮像素子3枚を内蔵することで、83.8 mm×106.5 mmの検出面積を有する。撮影画像の読み取り速度は1ミリ秒以下と高速であり、実験効率の大幅な向上が期待できる。図1はBL11に設置した様子である。本検出器は、BL11の最下流の実験定番上に設置され、イメージングプレートを利用した検出器、リガク社製RAXIS-IV（検出面積：300 mm×300 mm、ピクセルサイズ：100 μ m×100 μ m）と、定番上でスライドさせることで容易に検出器を選択することが可能となっている。ユーザーは実験の目的に応じて検出器を選択することが可能である。図2はPILATUS3 X 300Kで測定した、鶏のドライコラーゲンの2次元散乱強度分布である。コラーゲンは三重らせん構造が65.3 nmの周期長で秩序的に配列したタンパク質繊維であり、小角散乱の標準試料として、カメラ長の校正などに用いられている。コラーゲンの周期構造が異方性をもった散乱像として現れ、その散乱パターンが対称に生じている。

② 蛍光XAFS用加熱セルは、種々の反応ガス雰囲気下で試料を加熱しながら、試料からの蛍光X線を測定することによりXAFSスペクトルを取得することが可能である。試料の加熱温度は最大600°Cである。試料からの蛍光X線を取り出すために大きなカプトン窓が設置されており、多素子SSDや多素子SDDなどの検出面積が大きな検出器にも対応できるようになっている。また、窒化珪素（BN）粉末で希釈したペレットなど、X線を透過する試料の場合、蛍光XAFSと透過XAFSの同時測定が可能である。図4は酸化ニッケル（NiO）の還元の様子を蛍光法(a)と透過法(b)の同時測定を行った時のNi K吸収端でのXANESスペクトルの変化を示している（蛍光法で得られたスペクトル強度の補正は行っていない）。試料は室温から600°Cまで、毎分3.5°Cで加熱し、400°Cに達したところで、濃度2%のH₂を混合したHeガスを加熱セル内に流し始めた。いずれのスペクトルとも、金属に特徴的な領域（A）の強度が増し、酸化物に特徴的な領域（B）の強度が減少しており、NiOが還元していく様子がわかる。

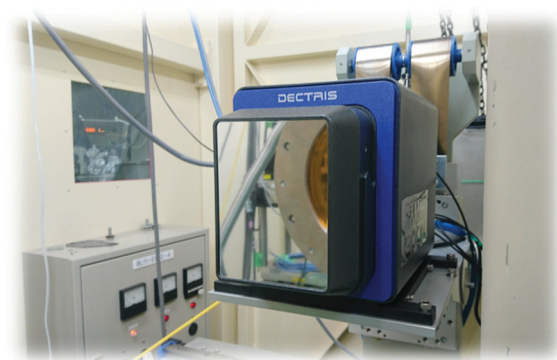


図1 BL11 第2 実験ハッチに設置した散乱実験用検出器（PILATUS3 X 300K）

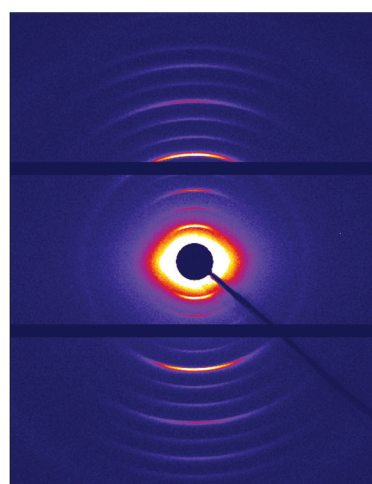


図2 PILATUS3 X 300K で測定したドライコラーゲンの小角散乱（ $h\nu = 8 \text{ keV}$ 、 $L = 1,627 \text{ mm}$ ）

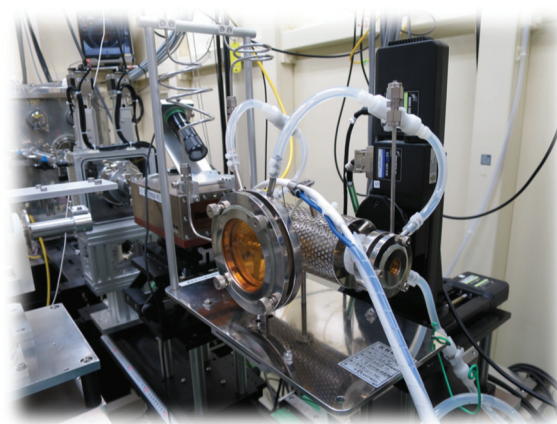


図3 BL11 第2 実験ハッチ内に設置した蛍光 XAFS 用加熱セル

③ 当研究センターでは、各種触媒の動作環境下での XAFS 測定を実現するため、BL15、BL11、BL07（整備順）において平成 20 年度以降ガス供給除外設備の整備を進め、単一ガスを対象として試料雰囲気ガスを制御して測定を行えるよう利用実験に対応してきた。一方、自動車排気ガス用触媒においては、実動作環境を模した複数種のガスが混合した雰囲気下での実験ニーズが高まっており、今回新たに触媒燃焼器を導入し、これら実験に対応できるようにした。本触媒燃焼器は、燃焼触媒を使用して、濃度 1% 程度までの H_2 , CO , HC (C_3 程度まで) の可燃性ガスを、最大 500 mL/min まで処理可能であり、これらのガスを処理後、既設のガス供給除外設備によりこれ以外のガスを安全に処理して排気することが可能である。

4. まとめ

ビームライングループでは2016年度を通じ、7本の県有ビームラインの維持・管理を行った。また、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。一方、これら日常業務に加え、ユーザー利用の利便性を高めるために、測定装置等の導入を新たに図り、それら装置の立上げや、利用技術の高度化に関する研究開発を引き続き行った。

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
岡島 敏浩

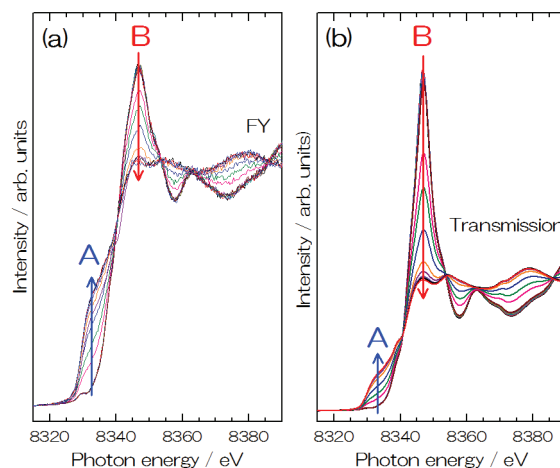


図4 蛍光 XAFS 用加熱セルを用いて測定した酸化ニッケル (NiO) の Ni K 吸収端の XANES スペクトルの変化。(a)蛍光法、(b)透過法。



図5 導入した触媒燃焼器の外観