

平成30年度名古屋大学技術職員研修

(計測・制御コース) 受講報告

○高倉将一^{A)}、小島 久^{B)}、児島康介^{C)}、山崎高幸^{D)}、神野貴昭^{E)}、
澤木弘二^{C,F)}、三輪美代子^{G)}

A) 計測・制御技術支援室 シンクロトロン光技術グループ

B) 環境安全技術支援室 放射線管理技術グループ

C) 計測・制御技術支援室

D) 計測・制御技術支援室 観測技術グループ

E) 分析・物質技術支援室 表面分析・形態観察技術グループ

F) 環境安全技術支援室

G) 岐阜大学 放射性同位元素実験分野

概要

シンクロトロン光は加速器によって光速近くまで加速された電子の軌道が磁場によって曲げられた際に発生する光であり、輝度が非常に高い、指向性が大きい、偏光している、赤外線から X 線に至るまでの広い波長領域の光が利用可能である、といった特長を有している。このことから、シンクロトロン光は「夢の光」とも呼ばれ、様々な科学技術分野で物質の構造解析や化学状態解析に利用されている。愛知県瀬戸市にあるあいちシンクロトロン光センターは2013年3月に供用を開始した国内で最も新しいシンクロトロン光施設であり、付加価値の高いものづくりを支援するために整備された「知の拠点あいち」における中核的な施設の一つとして、日本の産業研究に貢献している。本年度の名古屋大学技術職員研修（計測・制御コース）はあいちシンクロトロン光センターで開催され、シンクロトロン光源である加速器からシンクロトロン光を利用した研究について基礎的な講義が行われると共に、施設の見学及び実験実習が行われた。発表者は2018年8月にシンクロトロン光技術グループに配属となった。そのため発表者は、シンクロトロン光やそれを使用した実験、あいちシンクロトロン光センターに関する理解を深めることを目的として、本研修に参加することにした。本発表では、一連の研修を通して学んだことについて報告する。

1 研修について

実施担当 計測・制御技術支援室 シンクロトロン光技術グループ

実施期間 12月14日（金）、17日（月）、18日（火）の三日間

実施場所 名古屋大学シンクロトロン光研究センター、名古屋大学東山キャンパス（14日）

あいちシンクロトロン光センター、愛知県瀬戸市（17,18日）

受講者数 7名

研修のプログラムについては、表1に記載する。

表 1. 名古屋大学技術職員研修（計測・制御コース）プログラム

時刻 月日	13 00	13 30	13 45	15 45	16 00	16 30	16 40	17 10	17 15	18 00	20 00		
12 月 14 日 (金)	受付	開講式	オリエンテーション	講義(1) 「シンクロトロン光概論」 講師:高嶋圭史 会場:工学部 8号館南棟 6階	休憩	講義(2) 「機械学習入門」 講師:石田孝司 会場:工学部 8号館南棟 6階	休憩	講義(3) 「放射光加速器における 加速器制御システムの概要」 講師:真野篤志 会場:工学部 8号館南棟 6階	諸連絡	移動	意見交換会		
時刻 月日	8 45	9 00	9 15	9 50	10 20	10 30	12 00	13 00	14 00	15 00	15 10	17 00	17 15
12 月 17 日 (月)	受付	所長挨拶	オリエンテーション	放射線安全教育	見学(1) AichiSR 光源装置見学 会場:AichiSR 加速器室及び制御室	休憩	講義(4) 「X線吸収分光 (XAFS)概論」 講師:田淵雅夫 会場:AichiSR 大会議室	休憩	講義(5) 担当 BL 紹介 会場:AichiSR 大会議室 講師:高濱謙太郎・ 陰地宏	見学(2) AichiSR ビームライン見学 会場:AichiSR 実験ホール	休憩	実習(1) 測定試料作製 講師:高濱謙太郎・ 塚田千恵	諸連絡
時刻 月日	9 00	9 20	9 30	12 30	13 30	16 30	16 40	17 00					
12 月 18 日 (火)	受付	オリエンテーション	実習(2) 測定実習(1) グループ1:BL5S1 講師:高濱謙太郎 グループ2:BL6N1 講師:陰地宏 会場:AichiSR 実験ホール	休憩	実習(3) 測定実習(2) グループ2:BL5S1 講師:高濱謙太郎 グループ1:BL6N1 講師:陰地宏 会場:AichiSR 実験ホール	休憩	閉講式 会場:AichiSR 大会議室						

2 研修内容

12月14日（金）

研修初日は、開講式から始まった（図1）。最初の講義は、名古屋大学シンクロトロン光研究センター光源部門の高嶋圭史教授による「シンクロトロン光概論」であった。シンクロトロン光とは何か、その特長、発生方法等、シンクロトロン光に関する基礎的な知識を得ることができた。2つ目の講義は、同じく光源担当の石田孝司技師による「機械学習入門」であった。機械学習とは、あるデータから規則や傾向を見つけて予測を行い、状況に応じて対応を考えるとといった、元来機械が苦手としていた人間的な動きを機械に行わせることである。光源課には、電子を加速するための加速器や、電子軌道を曲げるための電磁石等、マイクロメートルオーダーの精密な制御が必要な装置が多数存在する。これらの装置は、気温の変化による熱膨張（収縮）の影響が免れないため、光源担当のスタッフが状況に応じた適切な調整を行っている。石田技師は、そのような光源の調整作業を機械学習によって自動化できないか試みているとのことだった。2つ目の講義は、真野篤志副技師による「放射光加速器における加速器制御システムの概要」であった。シンクロトロン光を発生させる光源の制御がどのように行われているのか、その歴史、そして現在の問題点がよく分かった。



図 1. 平成 30 年度名古屋大学技術職員研修開講式の様子

12月17日（月）

研修2日目は、あいちシンクロトロン光センターの光源装置見学から始まり、高嶋教授の引率の元で、光源制御室、制御装置、電子加速器を見学した（図2(a)）。現在あいちシンクロトロン光センターでは11本のビームラインが稼働しており（図2(b)）、使用するエネルギーや実験方法に合わせて電磁石の種類や性質が違うことが分かった。更に、初日に講義で教わった内容を実際に見ることができ、講義の内容をより深く理解することが出来た。また、実際の光源では用途に合わせた色々な電磁石を用いて電子軌道を曲げていることや、被ばく等の危険を避けるためにどのような安全管理が行われているか等、新たな知識を得ることができた。

次に、名大シンクロトロン光研究センターシンクロトロン光利用研究部門の田淵雅夫教授による講義「X線吸収分光(XAFS: X-ray Absorption Fine structure)概論」が行われた(図3)。その内容を以下に記す。XAFS測定における検出法は電子収量法や蛍光収量法等、多岐に渡る。しかしどの方法においても、試料に入射する光のエネルギーを変えて、その吸収量を測定することを目的としている。そのため連続スペクトルであるシンクロトロン光はXAFS測定において大変有用である。XAFSスペクトルの吸収端(吸収が起こり始めるエネルギー)50 eV程度までの領域に現れる構造のことをX線吸収端近傍構造(XANES: X-ray Absorption Near Edge Structure)、それ以降の50 eV程度から1000 eV程度に現れる構造のことを広域X線吸収微細構造(EXAFS: Extended X-ray Absorption Fine Structure)と言う。XANESはX線によって内殻電子の励起や多重散乱に依存する現象であるため酸化数や分子の対称性等に敏感であり、元素の化学状態解析に用いられる。一方、EXAFSは励起されて放出された光電子が付近の原子に散乱されることによる現象であるため原子間距離や配位数、隣接原子の元素種等に敏感であり、対象元素周囲の局所構造解析に用いられる。

次の講義は、BL6N1担当の陰地宏技師と、BL5S1担当の高濱謙太郎副技師による担当ビームライン紹介であった(図4, 5)。BL5S1はXAFS測定を行うビームラインであり、BL6N1はXAFS測定と光電子分光測定を行うビームラインである。本研修では両ビームラインで実際にXAFS測定を行ったが、二つのビームラインでは利用可能なエネルギー領域が異なる。BL5S1は硬X線と呼ばれる高いエネルギー領域の光を、BL6N1では軟X線と呼ばれる低いエネルギー領域の光を使用する。そのため、対象とする元素や実験方法が異なっている。それぞれのビームラインにおけるXAFS測定の準備方法や実験手法、メリットやデメリットがよく分かった。

次に、ビームラインの見学が行われた。10本のビームラインを次々に回り、幾つかのビームラインでは担当者による説明が行われた。特に名大専用ビームラインであるBL2S1では、ビームライン担当である永江峰幸特任助教による引率の下でシンクロトロン光を使用したX線回折実験による結晶成分を分析する様子を見学した(図6)。

最後に、翌日の測定実習のための試料準備を、高濱副技師と塚田千恵特任助教の指導の下で行った。準備の内容は、試薬を計量して乳鉢と乳棒で混ぜ、最後にプレス機で粉末を押し固めてペレットに成型することであった。このペレットは、試料に光を入射して透過したX線の量を測定する透過法によるXAFS測定を行うために用意した。透過法においては、X線が通過する領域に試料が少なすぎるとX線の吸収量が小さくなりすぎ、多すぎると透過するX線の量が少なくなりすぎるため、試料の濃度と厚みが問題となる。そのため、適切な量の粉末を使用したペレットを作らなければならなかった。作製したペレットがキレイに固まらず、クラックが入るといった問題もあったが、受講者全員が測定用の試料を準備することが出来た。

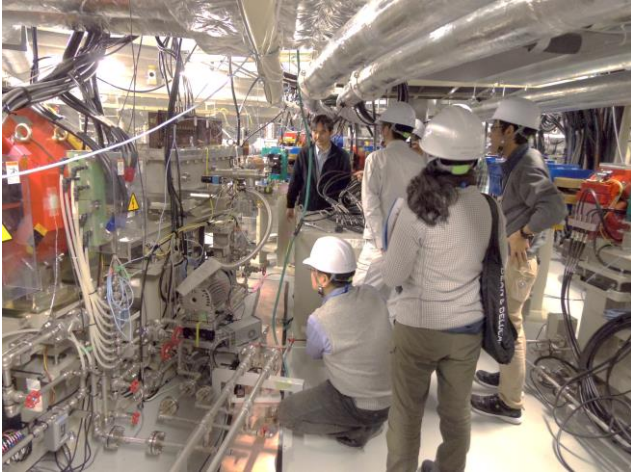


図 2. (a) 光源内部の加速器を見学している様子

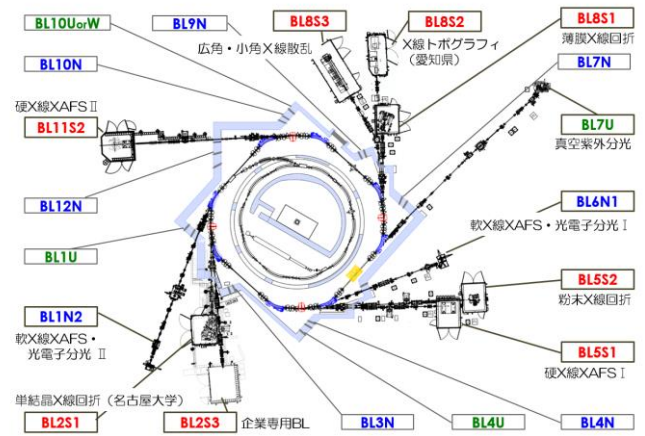


図 2. (b) あいちシンクロトロン光センター
ビームライン一覧



図 3. 田淵教授による講義の様子



図 4. 高濱副技師による講義の様子

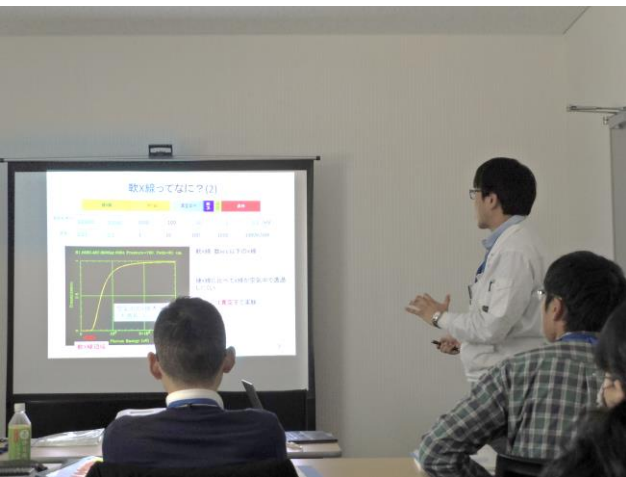


図 5. 陰地技師による講義の様子

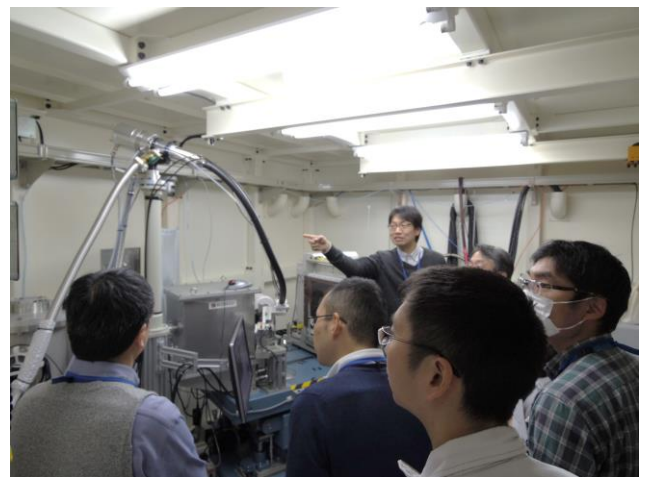


図 6. BL2S1 見学の様子

12月18日(火)

研修3日目は、2グループに分かれてBL5S1とBL6N1で測定実習を行った。まずBL5S1では、前日に準備した試料のXAFS測定を行った。準備及び測定に関する指導は、BL5S1の担当者である高濱副技師、塚田特任助教、廣友稔樹氏(スプリングエイトサービス)が行った。BL5S1は5~22 keVのエネルギーの光を扱う硬X線ビームラインであり、空気によるX線吸収の影響が少ない。そのため、大気中のサンプルホルダーに試料をセットする(図7)ことでXAFS測定を行うことが出来る。このとき、シンクロトロン光が入射する実験ハッチに人間が入るため、被ばくの危険が伴う。そのため5S1では、実験ハッチへの入室とビームのON/OFFを制御するシャッターは一本の専用キーを共有している。これによって、ビーム使用時は入室することが出来ず、入室時にはビームを使用することが出来ないようになっており、作業員の被ばくを防止するシステムになっている。図8は、Cuホイル、Cu₂O、CuOにおけるCuのK吸収端XAFSスペクトルである。まずスペクトルが急激に立ち上がっている位置である吸収端の付近(XANES)に注目すると、試料によってその位置が異なっており、Cu foilのピークが一番低エネルギー側にある。これは、Cuのみで結合しているCuホイルと、Cu酸化物では、Cuの酸化状態が異なっていることを示している。更に約9020 eV以上の領域(EXAFS)を見ると、スペクトルが波打っている振動構造をもち、試料によってその周期が異なっていることが分かる。このスペクトルをフーリエ変換することにより、Cu原子と隣接原子との原子間距離が見積もることができ、定量的な議論が出来ることも分かった。図9は、FeOにおけるFeのK吸収端XAFSスペクトルである。青線が前日の準備で1分混ぜた試料の、赤線が20分混ぜた試料のスペクトルである。両者を見比べると、1分だけ混ぜた試料のスペクトルは測定値が波打っているNoisyなものであるが、20分混ぜた試料のスペクトルは滑らかなものになっていることが分かる。この原因は、1分しか混ぜていない試料は、ペレットが均一になっていないため、入射光の僅かな変化によってスペクトルも変化してしまうことにある。このことから、XAFS測定においては、試料準備が大きなウェイトを占めるということが実体験として分かった。

BL6N1における実習は、ビームライン担当者である陰地技師、村井崇章氏、柴田佳孝氏(ともに愛知県職員)による準備、指導の下で行われた。既に用意されていた試料であるK₂SO₄、FeS₂、食品包装用ラップと、液体試料である牛乳を対象としてXAFS測定を行った(図10)。試料は専用のホルダーにセットし、測定チャンバーに設置した。このビームラインでは軟X線領域である1.75~6 keVのエネルギーの光を扱う。硬X線領域に比べて軟X線領域では空気によるX線の吸収率が高くなり大気中での測定が難しくなるため、通常は真空下で実験を行う。しかし、測定チャンバー内を空気よりX線吸収率の低いHeガスで置換すれば、軟X線の中でも比較的高いエネルギー領域であれば測定が可能となる。BL6N1ではこのことを利用して、軟X線領域でありながら大気圧下でのXAFS測定を可能としており、真空下では測定がかなり難しい液体試料の測定も可能となっている。このことが他の軟X線ビームラインと比較してのBL6N1の大きな特徴である。図11は、FeS₂における蛍光収量法によって得られたSのK吸収端XAFSスペクトルである。S²⁻による吸収端と、SO₄²⁻による吸収端の2種類が観測された。これは、大気中に置いていたFeS₂の表面が酸化していることを意味している。

測定実習が終わり、3日間の研修内容が全て終了した。研修の最後には、研修全体の総括と、修了証の授与式が行われた(図12)。

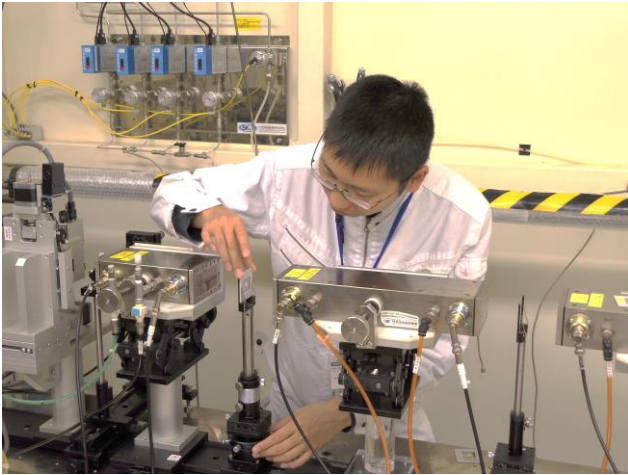


図 7. BL5S1 における試料セッティングの様子

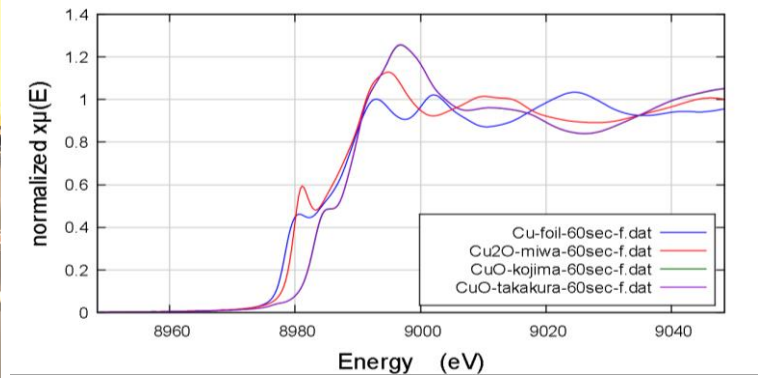


図 8. Cu ホイル, Cu_2O , CuO における
Cu の K 吸収端 XAFS スペクトル

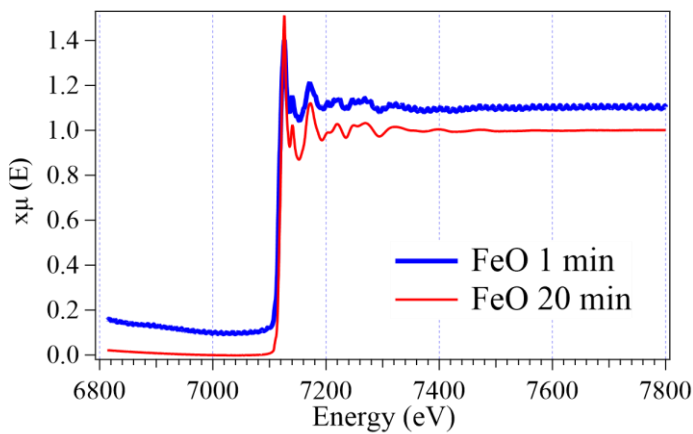


図 9. FeO における Fe の
K 吸収端 XAFS スペクトル



図 10. BL6N1 における XAFS 測定準備の様子

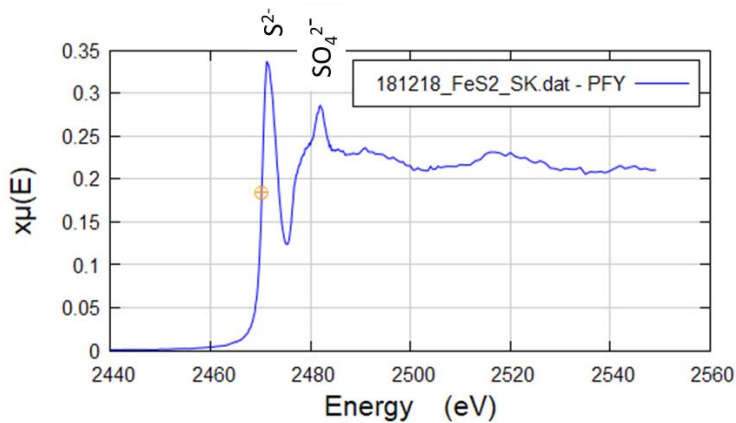


図 11. FeS_2 における S の
K 吸収端 XAFS スペクトル



図 12. 修了証授与式の様子

5 まとめ

本研修は、3日間の講義、見学、実習を通して、シンクロトロン光技術に関して学ぶことが目的であった。講義では、シンクロトロン光を発生させている光源の仕組みから、シンクロトロン光を利用した代表的な実験手法である XAFS 測定について学んだ。これまで発表者が学んできた知識と合わせて、シンクロトロン光についての理解を深めることが出来た。あいちシンクロトロン光センターにおける光源及びビームラインの見学では、講義の内容を実際の装置を見て理解を深め、現場の工夫や問題点について学ぶことが出来た。測定実習では、実際に XAFS 測定を行うことにより、BL5S1 と BL6N1 における試料準備の方法や、測定の原理、工夫等を学ぶことができた。実際に測定したスペクトルを解析することによって、XAFS 測定を行うことで得られる情報についてより深く理解することができた。発表者は BL7U の担当であるが、自身のビームラインとは異なるエネルギー領域、測定の実験を体験する事によって、シンクロトロン光技術に関する新たな知見を得ることが出来たことはとても有意義であった。

研修全体に渡って、受講者全員が積極的に参加していたことも印象的であった。講義中や講義後にも質問が途切れることはない様子であった。あいちシンクロトロン光センターにおける見学においても、装置一つ一つに対して様々な質問があり、とても時間が足りないといった様子であったことが印象的であった。測定実習においては、受講者全員が準備から測定までを自分の手で行い、測定のコツやデータの解析、解釈について理解を深めようと熱心な様子だった。本研修最後のプログラムである修了証授与式の前後においても議論が尽きず、自身の仕事と関連した質問が尽きない様子であった。これらの様子から、大変有意義な研修であったと思う。

6 謝辞

最後に、大変意義深い本研修を主導していただいたシンクロトロン光技術グループの技術職員である、陰地宏技師、石田孝司技師、高濱謙太郎副技師、真野篤志副技師に感謝いたします。3日間に渡る講義、見学、実習の中で、名古屋大学シンクロトロン光研究センター及びあいちシンクロトロン光センターのスタッフの方々にお世話になりました。高嶋圭史教授には、シンクロトロン光に関する講義及び光源見学の引率を行っていただきました。田渕雅夫教授には、講義において、基本的な XAFS 測定の知識を説明していただきました。BL2S1 担当の永江峰幸特任助教には、実験装置の見学及びシンクロトロン光を利用した回折実験の説明をしていただきました。BL5S1 担当の塚田千恵特任助教と廣友稔樹氏（スプリングエイトサービス）、BL6N1 担当の村井崇章氏、柴田佳孝氏（ともに愛知県職員）には、測定実習の準備及び指導をしていただきました。皆さんにきめ細かな説明をしていただき、質問にも快くお答えいただけ、シンクロトロン光に対する理解を大きく深めることができました。厚く御礼を申し上げ、感謝する次第です。