

BL08B2 兵庫県

1. はじめに

兵庫県ビームラインBM (BL08B2) はBL24XUとともに、産業界における放射光利用を支援している。2010年度の利用に関する傾向としては、環境分野やエネルギー産業分野の利用テーマが増えている。各分野における実験手法のニーズに対して、2010年度において、単色X線トポグラフィ、CT・イメージング、小角X線散乱、粉末X線回折をはじめとする各機能の充実、及び各手法を利用するユーザーの支援に取り組んできた。

2. 産業界ユーザーによる利用状況

BL08B2では、XAFS、小角X線散乱、超小角X線散乱、単色X線トポグラフィ、CT・イメージング、粉末X線回折の複数機の実験ステーションを有しており、ユーザーはテーマに応じて実験手法を選択する。以上の手法に対して、2010年度の利用日数は71日間であり、全ユーザータイムの約40%を占めている。主に産業界のユーザーによる利用が占める。また、実験ステーションの切り替えの都度、光学系調整や実験装置の調整を行う必要があり、ユーザーが求める実験条件に対応するためのマシンスタディを設けている。全ユーザータイムの残りの部分については、これらの設備整備の目的で活用してきた。

上記のユーザー利用日数の内訳としては、XAFS 約40%、小角X線散乱 約30%、単色X線トポグラフィ約25% を占めている。粉末X線回折、CT・イメージングについては、2010年度において高機能化の改造を行っており、今後のユーザー利用の増加が見込まれる。

3. 各ステーションの状況

BL08B2の実験ステーションの状況を報告する。

(1) 単色X線トポグラフィ

2010年度においてはユーザーの利用計画も含め、パワー半導体として注目されるSiC材料の結晶欠陥評価のニーズが増えつつある状況であった。SiC単結晶は、バンドギャップが大きいこと、高耐圧、高電子飽和速度、高熱伝導性などの点でパワー半導体素子として期待される材料であるが、4H-SiC基板やエピタキシャル層で転位密度が高いことやエピ成長制御が他の化合物半導体に比較して容易ではない。とくに転位は高圧デバイス動作時において特性劣化を引き起こすため、結晶中格子欠陥（転位及び積層欠陥）密度の減少のためにも転位の性質を正確に把握する必要がある。このような状況に対して、兵庫県ビームラインにお

いても、放射光を利用したX線トポグラフィ利用が増えつつある。転位の形状及びそれらのバーガースベクトルを詳細に評価することにより、欠陥の形成及び増殖メカニズムを推測する取り組みがなされている。

最近では、らせん転位についてよく調べられ、大きなバーガースベクトルを有するらせん転位であるマイクロパイプなどはほとんど抑制されているが、今後は、さらなる欠陥制御を進める必要がある。実験システムとしても、今後の計画として、撮像手段の高分解能化といった基礎的研究を始めた段階である。

(2) 小角X線散乱

BL08B2の小角X線散乱は、ソフトマテリアルや金属材料、ナノ粒子コンポジット材料等の長周期構造の評価を目的とした産業界ユーザーに対する利用展開を行っている。小角X線散乱が有するカメラ長の幅広い選択性（500 ～ 6,000 mm、及び 15,600 mm）と、迅速なカメラ長の切り替え、並びに種々の測定手法（SAXS/WAXS同時測定、GISAXS、Rheo-SAXS、Anomalous-SAXS）を提供することで、産業界のさまざまな測定ニーズに対応している。また、BL08B2のXAFS光学系・測定系の特徴を活かしたXAFS/SAXS/WAXS同時測定系の整備を2010年度に完了した。利用可能なエネルギー範囲は6 ～ 25 keV、XAFS測定はイオンチャンバーを利用した透過法とLytle検出器・半導体検出器を利用した蛍光法が利用可能である。また、10 ～ 20秒時分割のQuick-XANES/SAXS/WAXS同時測定も可能であり、触媒材料・電池材料の開発や金属ナノ粒子の反応・生成過程研究への利用を開始している。

新たに整備したXAFS/SAXS/WAXS同時測定系については、今後、利用可能なエネルギー範囲の拡張（～30keV）と、Quick-XANESとの同時測定による高速化を計画している。また、加熱炉、フローセル、せん断セル、温湿度調整装置等の既存のユーティリティとの連携測定を充実させ、ユーザーの様々な測定ニーズに対応できるよう整備していく。

(3) XAFS

触媒材料や電池材料の評価利用が主に行われた。リチウムイオン電池等について、エネルギー密度や出力密度特性の向上、長寿命化などを目的として構造評価の取り組みが行われている。

新たな展開として硝子産業における利用が検討された。

硝子の着色現象の解析が期待されている。特に硝子中に不純物として含まれる鉄元素周辺の酸素の配位構造や、価数変化、あるいは第二近接以降の原子も含めた配位子場にある鉄原子の電子状態等の情報について、EXAFSあるいはXANESを適用することで解明し、可視光領域の吸収特性との相関性を調べる取り組みである。BL24XUで整備した高分解能XANESとの組み合わせによる利用が計画され、2010年度において利用が始まったところである。

硝子、金属材料、陶磁器等の産業利用において遷移金属を中心とする構造解析のテーマについては、今後、第一原理計算を利用したシミュレーション解析も合わせて取り組む予定であり、2010年度において計算機環境の整備も完了した。また講習会等の開催による技術習得の機会もユーザーに対して提供した。共同研究等の取り組み等によって、産業界での活用を引き続き支援する。

(4) その他の実験ステーションの高機能化

CT・イメージングについては、スタディ期間を経て、2010年度において本格的な実験ステーション整備を行った。高分解能撮像用の高速X線CCDカメラの整備も実施し、測定システムについてはユーザーへの提供を開始した。高精度粉末X線回折については、検出部の21連装化による高角度分解能、測定時間の短縮化に関する改造を、2010年度下期に実施した。2011年度において、調整を行い、供用を開始する予定である。

4. 謝辞

BL08B2は、2010年度において、専用ビームラインの据付工事着工申請承認から5年間が経過したところであり、2010年7月に第10回専用施設審査委員会を開催頂いた。評価の結果、ビームライン運用の継続を判断頂いた。この場を借りて、委員会の諸先生方、企画頂いたJASRIの皆様、BL08B2を活用頂いているユーザーの皆様に御礼申し上げます。

兵庫県放射光ナノテク研究所

横山 和司、李 雷、桑本 滋生

漆原 良昌、松井 純爾