

# BL16B2 (サンビームBM) 産業用専用ビームライン建設利用共同体

## 1. はじめに

BL16B2 (サンビームBM) は、BL16XU (サンビームID) とともに13企業グループ〔脚注1〕からなる産業用専用ビームライン建設利用共同体 (サンビーム共同体) が管理・運営するビームラインである。1998年8月の専用ビームライン据付工事着工申請書承認をもって設置利用を開始 (各社利用は翌年10月から開始) し〔1〕、2008年8月に満10年を迎えると共に、今後10年間のビームライン利用に関する契約更新を行った。また併せて実験装置の更新・機能アップを図っている〔2〕。

## 2. ビームライン・実験装置の概要〔2〕〔3〕

BL16B2の基本仕様を表1に示す (実験装置の配置は前節BL16XUの図1を参照のこと)。光源は偏向電磁石であり、光学ハッチ内に配された可変傾斜型二結晶単色器との組み合わせで、広い波長範囲のX線エネルギーが利用可能になっている。光学ハッチ内には高調波除去・集光用のベントシリンドリカルミラーも設置されている。実験ハッチ内には、光源に近い上流側に大型実験架台、下流側にX線回折装置が設置されている。大型実験架台は、実験配置の自由度を確保できるよう表面を平滑仕上げとし、設置した2台のゴニオメータを用いて、XAFS測定、X線トポグラフィなどの精密X線光学実験を行うことができる。一方、X線回折装置

表1 BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
光子エネルギー	4.5 keV～113 keV
単色器	可変傾斜型二結晶 (Si (111)、Si (311)、Si (511))
光子数	～10 <sup>10</sup> photons/s
ビーム径	0.1 mm (H) ×～0.1 mm (V) ミラー使用 60 mm (H) ×～5 mm (V) ミラー無し、 Si (311) 設計値
設置機器手法	実験架台 (XAFS、トポグラフィ、 X線イメージング) X線回折装置 (X線回折、反射率測定) その場計測用ガス設備

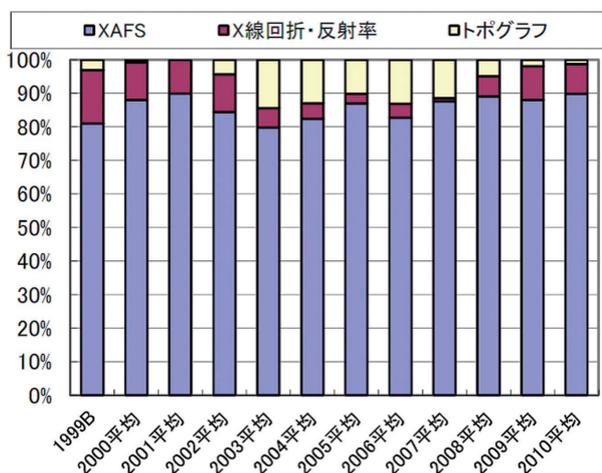


図1 BL16B2実験装置の利用割合

では、XAFS測定のX線回折や高エネルギーX線を用いた回折実験が可能である。また、COやNOなどの毒性ガスや、H<sub>2</sub>やCH<sub>4</sub>等の可燃性ガスをBL16B2実験ハッチに安全に供給し排気するための「その場計測用ガス設備」やXAFS測定時間の大幅短縮を可能にするQuick XAFS計測系 (19素子SSD検出器用も) を備えており、これらを併用することで、触媒などの材料の反応ガス中での変化過程を時分割でXAFS解析することも可能である。また、2010年度はXAFS測定の効率化を図るため、ガス混合器を導入・整備した。

## 3. 利用状況

サンビームではユーザータイムを各社均等に配分している。共同調整作業の時間を除くと、BL16XUとBL16B2を合わせた各社の利用日数は年間20日であった。

2010年度のBL16B2における装置別の利用割合を図1に示す。利用開始以来、XAFS測定がビームタイムの大部分を占める状況は変わらず、2010年度も2009年度並みに90%を超える利用率となっている。但し、同じハッチ内にX線回折装置が設置されているため、主測定はXAFSであるがビームタイムの一部を割いてX線回折測定を行う等のケースもあり、実質的にはやや下がるものと見られる。また、利用分野については、図2に示すように2009年度と比較すると電池分野の増加が顕著となっている。2009年度減少していたこと

〔注1〕 川崎重工業、神戸製鋼所、住友電気工業、ソニー、電力グループ (関西電力、電力中央研究所)、東芝、豊田中央研究所、日亜化学工業、日産自動車、パナソニック、日立製作所、富士通研究所、三菱電機 (2011年3月現在、50音順)

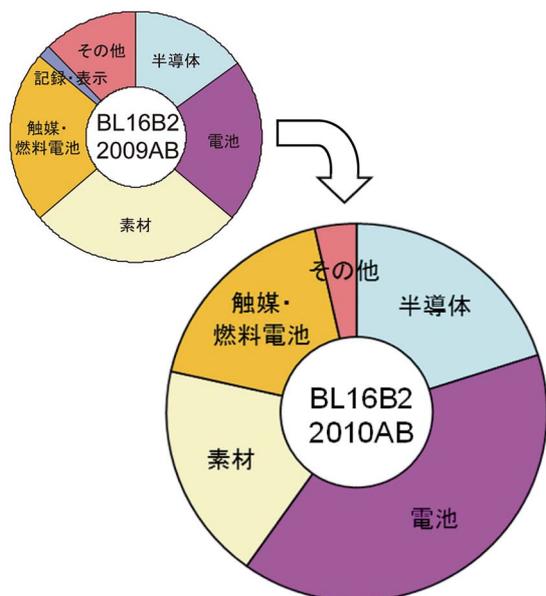


図2 BL16B2の利用分野

もあるが、以前にも増して拡大しており、エネルギー関連重視の傾向が窺える。また、どの分野においても実環境に近い状況でのin-situ測定が見受けられ、自由度の高い実験配置を可能とした設備を生かし、各社ニーズに一層マッチした特色のある実験が行われていることを示唆している。

#### 4. ビームライン見学会

2010年9月3日に、サンビーム共同体としては3回目となるビームライン見学会を開催した。今回は見学対象者をサンビーム関係者以外にも広げ、約90名の方々にご参加いただいた。詳細については前節BL16XUの4項を参照されたい。

#### 5. 成果の紹介・研究事例

BL16B2を利用した研究事例・成果については、各社から学会・論文等の形で発表されているが、サンビーム共同体としては「サンビーム研究発表会」でまとめて発表を行っている。2010年度については11月4日～5日に東京・ステーションコンファレンスにおいて、「第2回SPring-8合同コンファレンス」の一部として「第10回サンビーム研究発表会」を開催し、共同体の成果を発表するとともに発表内容をまとめた報告書<sup>[4]</sup>を発行している。以下に代表的な例としていくつかの研究例を示すが、ここで紹介しきれない研究事例・成果については、サンビームWEBサイト<sup>[5]</sup>やサンビーム研究発表会報告書<sup>[4]</sup>等を参照していただきたい。

##### (1) 排ガス中ガス状セレン測定法の規格化に関する検討<sup>[6]</sup>

石炭利用プロセスからのセレン等の微量物質の排出濃度には様々な基準が設定されていて、排出濃度は石炭の性状により大きく変化する。燃焼排ガス中でセレンは、粒子状及びガス状セレンが共存し、粒子状セレンは集じん装置で、

ガス状セレンの大半は湿式脱硫装置で捕集されている。排ガス中セレンのガスと粒子の割合は、燃料の組成やプロセス構成により大きく変化するため、プラント内挙動の把握等には、排ガス中のガス及び粒子状セレンの濃度を精度良く測定することが重要である。しかしながら、最近の研究によれば、ガス状セレンが測定時にサンプリング配管へ付着することにより、公定法では十分な精度が得られないことが明らかとなっている。そのため、ガス状セレンの高精度測定法の確立、規格化には、サンプリング配管に付着したセレンを簡易に回収する方法を開発する必要がある。

配管に付着したセレンの化学形態を特定し、付着セレンの回収方法を検討するため、19素子SSD検出器を用いて蛍光法XAFS測定を行った(図3)。その結果、配管へ付着し

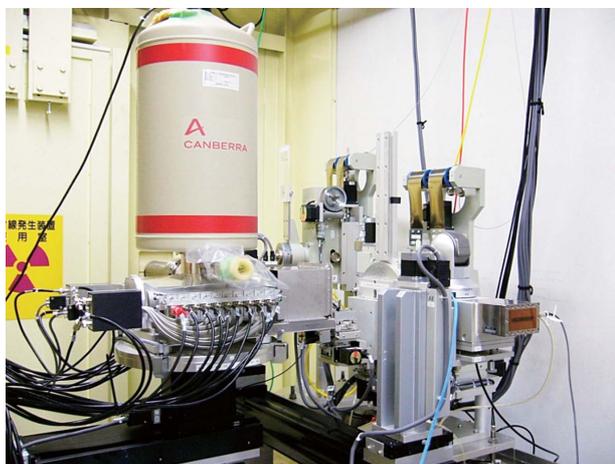


図3 19素子検出器による蛍光XAFS計測

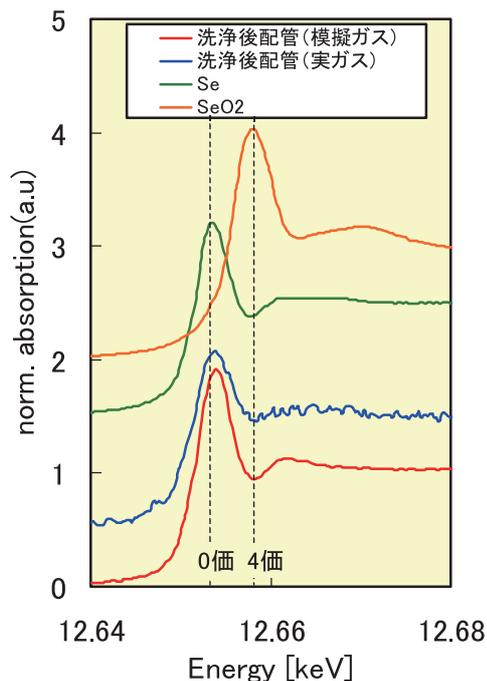


図4 配管へ付着したセレンの吸収スペクトル

たセレンは、図4のように、金属形態（0価のセレン）であることが判明した。そこで、0価のセレンを洗浄可能な溶液を検討したところ、硫酸酸性過マンガン酸カリウム溶液により、水溶性のセレンに酸化することにより、回収できる可能性が見出された。

(2) XAFSを用いたNi-MH電池正極材料の評価<sup>[7]</sup>

今後の新エネルギー社会に向けて、風力や太陽光などの自然エネルギー発電の導入拡大が期待されているが、それに伴う出力変動による電力系統の不安定化が懸念されている。これに対処する方法として、蓄電池併設による出力平滑化が有望視されている。また、蓄電池は電車やバスなどの移動体用の動力源としても期待されており、車両の運行エネルギー効率を高めることができる。このような用途に使用される蓄電池のひとつにNi-MH電池がある。

Ni-MH電池では容量が正極規制となっており、正極の高性能化が電池の高性能化に直結する。そこでXAFSによるNi-MH電池正極材料の分析評価を行った。特に充放電に伴う電池の劣化について評価を実施し、電池性能との相関性を調べた結果、充放電サイクルを経過して劣化の進んだ電池は、活物質であるNiの価数が増加し、不活性なNi<sup>3+</sup>が生成していることが確認された(図5)。また、試験前の正極

に前処理を施すことによって劣化を抑制する技術を考案し、その効果について評価を行った。その結果、前処理によってCo化合物の微細構造に大きな変化はなく(図6)、正極導電材Coの分散性が向上し、均一なコーティングが実現され、不活性なNi<sup>3+</sup>の生成を抑制できることが明らかとなった。

参考文献

- [1] 泉弘一、他：SPring-8利用者情報 Vol.4 No.4 (1999) pp.20；久保佳実：ibid. **6** (2001) 103.
- [2] 尾崎伸司：SPring-8年報2007年度 pp.134.
- [3] 稲葉雅之、他：SPring-8シンポジウム (2008/10/31、東京)
- [4] 産業用専用ビームライン建設利用共同体編集・発行「第10回サンビーム研究発表会（第7回SPring-8産業利用報告会）報告書」
- [5] サンビームWEBサイト URL <http://sunbeam.spring8.or.jp/>
- [6] 野田直希：第10回サンビーム研究発表会（第7回産業利用報告会）講演番号S-07 2010年11月
- [7] 中山耕輔：第10回サンビーム研究発表会（第7回産業利用報告会）講演番号S-01 2010年11月

耐久劣化品（1800サイクル SOC0%）

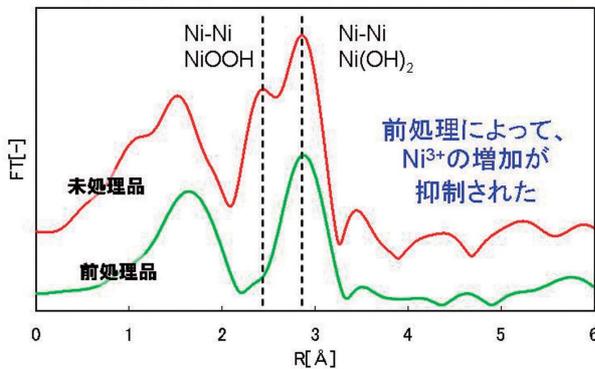


図5 耐久劣化正極Niの動径構造関数

Co-K EXAFS（1800サイクル SOC0%）

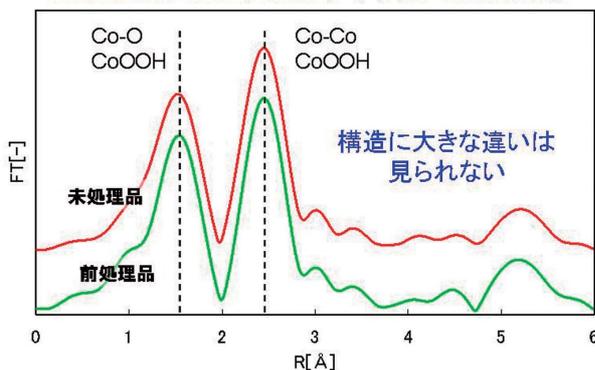


図6 耐久劣化正極Coの動径構造関数

川崎重工業株式会社 技術研究所  
異 修平