

BL36XU

先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン

1. はじめに

BL36XUは、電気通信大学が中心となり、分子科学研究所が参画し、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)「固体高分子燃料電池実用化推進技術開発」プロジェクトの研究開発テーマ「時空間分解X線吸収微細構造(XAFS)等による触媒構造反応解析」から支援を受け建設したビームラインである。BL36XUは、燃料電池の中で、特に固体高分子形燃料電池(PEFC)をターゲットとしており、高い時間・空間分解能をもつ専用XAFSビームラインと計測機器群を駆使して、電池発電動作下における電極触媒のナノ構造変化、化学反応状態および劣化過程をリアルタイムでその場観察し、それらのメカニズムを時間軸と空間軸で解明することにより、燃料電池電極触媒の高性能化および高耐久性を実現するために必要な基盤情報を提供することを目的としている^[1-3]。

BL36XUは、2010年9月より建設を開始し、2012年10月よりコミッショニングを行い、2012年11月に完成し、2012年12月に完成式典を行った。2013年1月からユーザー利用を開始し、順調に運用を行っている。以下に、2012年度の活動内容と状況を報告する。

2. ビームライン概要

図1にBL36XUの光源および輸送系光学素子の配置の概要を示す。光源および光学素子のデザインおよび配置は、高速クイックXAFS(QXAFS)計測および100 nmオーダー集光ビームを実現するためのSPring-8標準デザインとなっている。光源としては、真空封止テーパ型アンジュレータを導入した。使用可能なエネルギー領域は4.5~35 keVであり、PEFC電極触媒に用いられる金属元素の

吸収端のほとんどが測定可能である。2台の水平偏向ミラー(M1, M2)により光源からの高エネルギーX線を反射X線から30 mm離すことにより分離除去する。その下流に、小型チャンネルカット結晶(Si(111)およびSi(220))を備えた液体窒素冷却分光器2台をタンデムに配置した。ハッチは、光学ハッチ1棟、実験ハッチ1棟から構成される。高い縮小率をもつKB集光ミラーを用い100 nm集光ビームを形成するために、実験ハッチは光源から最も離れた77 mの位置に設置した。

3. XAFS計測システム

図2に実験ハッチ内の定盤に設置されたXAFS計測システムを示す。時間分解XAFS計測システムは、最高時間分解能10 msおよび800 μ sの2種類のQXAFS計測システムと100 μ s時間分解エネルギー分散XAFS(DXAFS)計測システムの3種類を整備した。最高時間分解能800 μ sのQXAFSには、実験ハッチ内に設置したガルバノモータ分光器を用いる。図3にDXAFSスペクトル例を示す。QXAFSは実PEFCセルの計測に、DXAFSはモデル系試料の計測に使用する。

2次元空間分解XAFS計測システムとして、高濃度試料に対しては、可視光変換型2次元検出器による透過型2次元イメージングXAFS計測システムを整備した。低濃度試料に対しては、BL39XUで開発した100 nm集光X線を用いた高速走査型X線顕微XAFS計測システム^[4]を整備した。100 nm集光ビームの形成には、低エネルギー用(4.5~15 keV)および高エネルギー用(15~30 keV)のKBミラーシステムを整備した。両KBミラー共に100~150 nmの集光ビームを形成できることを確認した(図4)。

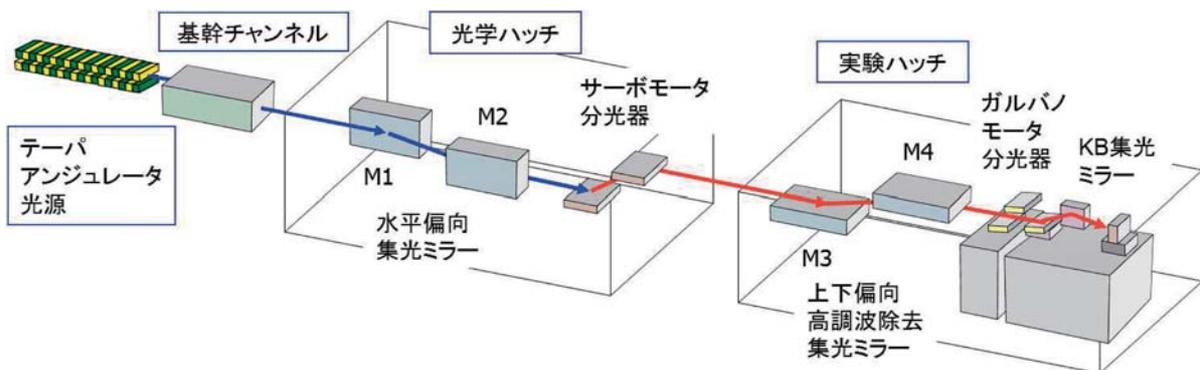


図1 BL36XU レイアウト



図2 実験ハッチ内 XAFS 計測システム

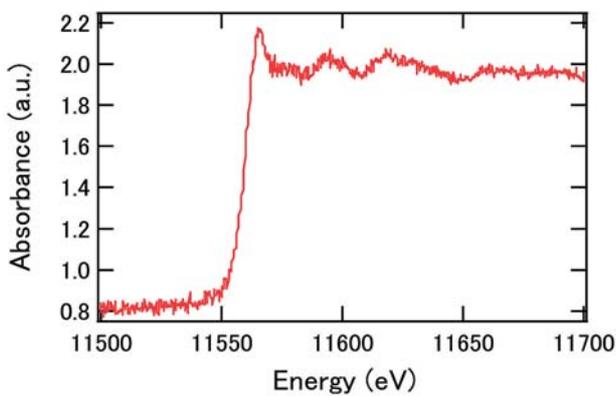


図3 Pt L₃ 端 DXAFS 試料: Pt 箔、計測時間: 100 μs

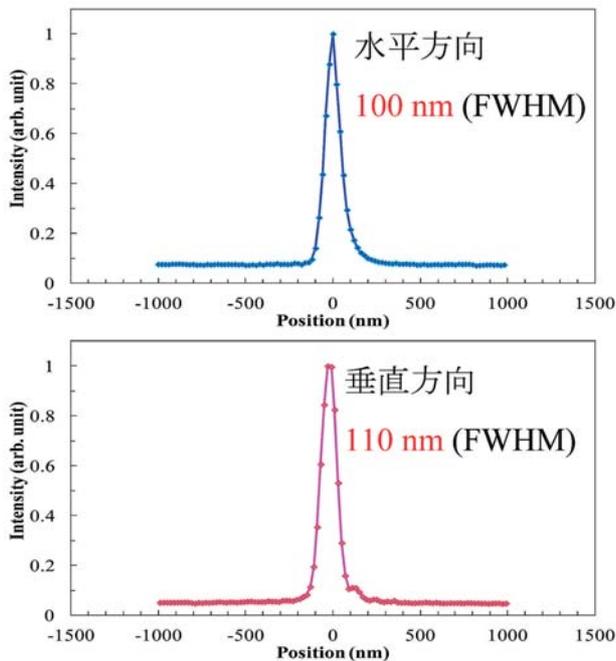


図4 高エネルギー用KB ミラー集光ビームプロファイル
測定エネルギー: 25 keV

PEFC内の膜/電極接合体の3次元イメージングXAFS計測に対しては、BL47XUで開発した3次元ラミノグラフィXAFS計測システムを整備した^[5]。

謝辞

BL36XUの建設に当たっては、JASRI、理化学研究所の多くの方々より、多大な協力・支援を頂いた。深く謝意を表したい。

参考文献

- [1] 宇留賀朋哉、唯美津木、岩澤康裕: SPring-8 利用者情報 **16** (2011) 81.
- [2] 宇留賀朋哉、関澤央輝、唯美津木、横山利彦、岩澤康裕: SPring-8 利用者情報 **18** (2013)17.
- [3] O. Sekizawa, *et al.*: *J. Phys. Conf. Ser.* **430** (2013) 012019.
- [4] T. Tsuji, *et al.*: *J. Phys. Conf. Ser.* **430** (2013) 012020.
- [5] T. Saida, *et al.*: *Angew. Chem. Int. Ed.* **51** (2012) 10311.

電気通信大学

岩澤 康裕、関澤 央輝

電気通信大学、JASRI

宇留賀 朋哉

名古屋大学、自然科学研究機構 分子科学研究所

唯 美津木

自然科学研究機構 分子科学研究所

横山 利彦