

## BL16B2

### 産業用専用ビームライン建設利用共同体（産業界BM）

#### 1. はじめに

産業界専用BMビームライン（BL16B2）は、産業界専用IDビームライン（BL16XU）とともに13企業グループ<sup>[1]</sup>が「産業用専用ビームライン建設利用共同体」（以下「共同体」と略記）を結成してJASRIの協力のもとに設計・建設し、1999年10月より各社利用に供されている<sup>[2]</sup>。

#### 2. 装置の特徴<sup>[3]</sup>

光源は偏向電磁石であり、SPring-8標準タイプの可変傾斜型二結晶単色器（SX(111)（311）反射面を使用）により、光子エネルギーが4.5keV～60keVの単色光を試料面上に導く（光子数： $10^{10}$ photons/s）。Si第一結晶の冷却は当初直接冷却方式であったが、Oリング硬化による水漏れを避けるため間接冷却方式に変更した。単色器下流には、退避可能なベントシリンドリカルミラーを置き、試料位置にX線ビームを収束（ビームサイズ：0.1mm角）すると同時に高次光除去が可能である。実験ハッチ内には共通の光学定盤1台を置き、その上に、透過、または蛍光XAFS装置を組むことができる（～8Kまで試料冷却可能）。また、精密なトポグラフィ装置を組むことが可能であるが、現状、均一で大きい断面積のビームを得るには至っておらず、光学素子（単色器結晶、Be窓等）の性能向上を必要としている。現在、トポグラフィ装置は主として反射率測定に使用している。図にビームライン全体配置をBL16XUとあわせて示す。

#### 3. 実験の概要

次に2000年度に行われた実験の概要を述べる。ビームライン整備・調整と運営は共同体が体制を組んで実施しているが、利用実験は原則各社独立に行っており各社の事業支

援と結びついている。

#### 3-1. Li二次電池のin-situ XAFS解析<sup>[4,5]</sup>

豊田中研の野中らは、Li二次電池の充放電サイクルによる劣化原因を調べるために、X線透過用Be窓のついたコインセル型電池を作り、放射光を照射しながら正極材料LiNiO<sub>2</sub>の充放電による変化を透過XAFS法でin-situ測定した。その結果、正極材料LiNiO<sub>2</sub>は充放電の初期には歪んだNiO<sub>6</sub>八面体構造であるが、充放電の繰り返しによる劣化と共にNiO<sub>6</sub>正八面体構造に不可逆変化することを明らかにした。これにより、正極材料の改良に必要な情報が得られるようになった。

#### 3-2. 燃料電池材料のin-situ高温XAFS解析<sup>[4,6]</sup>

電力中央研究所の山本らは、高効率で環境性に優れた新しい発電方式である燃料電池の構成材料の適性と機能性に関する評価を行った。すなわち、固体電解質形燃料電池の作動温度1000℃での空気極材料の適性評価を行うために1500℃まで加熱可能な試料加熱装置を作り、25～700℃の範囲でLa(Sr)MO<sub>3</sub>中のLa、Sr、Mnを透過法によりXAFS測定した。その結果、含有酸素量変化に対応したLa、Sr、およびMnの価数変化を知ることができ、電極材料の最適化に必要な情報が得られるようになった。

#### 3-3. 固体電解質型燃料電池における電解質材料の局所構造解析<sup>[4,7]</sup>

関西電力の出口らは、固体電解質型燃料電池を構成する固体電解質において、ドーパントがイオン導電率を高くする条件を調べた。一般に、イオン導電性はドーパントにより生成する酸素空孔を介して酸化物イオンが移動して発現する。そこで、CeO<sub>2</sub>に固溶させるドーパントの種類を変えてCe、及びドーパント（Y, Sm, Nd, La）のXAFS測定を行った。その結果、ドーパント陽イオンとCe<sup>4+</sup>イオン

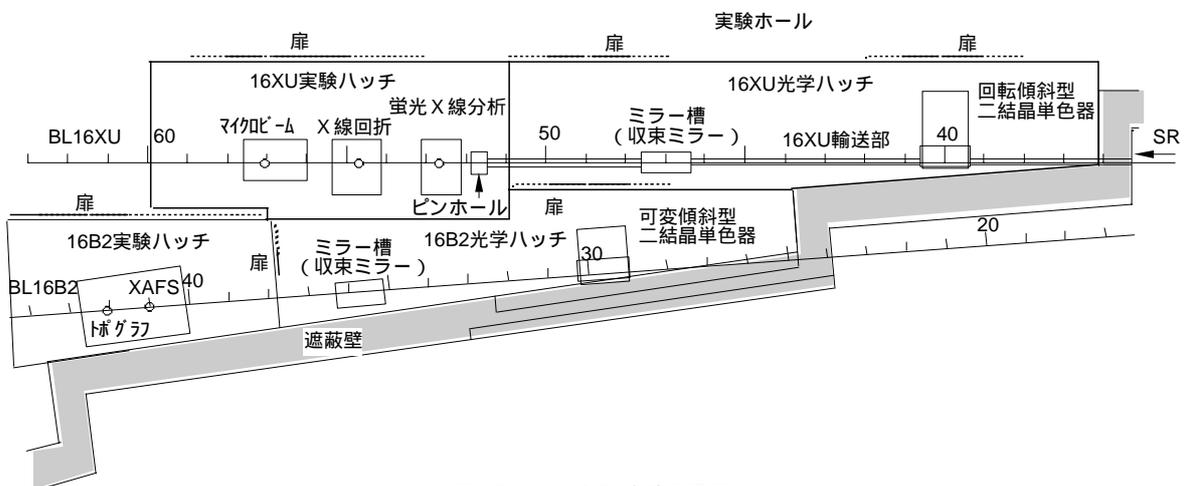


図 BL16XU & B2全体配置図

に同等に酸素空孔が存在する場合にイオン導電率が高くなることが判った。これにより、ドーパント選択に関する指針を得ることが出来た。

#### 3-4. 鋼表面の耐候性用人工さびのXAFS解析<sup>[4,8]</sup>

神戸製鋼所の中山らは、鋼の腐食を制御する人工さびの効果と構造の関係を調べるために、標準さび(α-, β-, γ無定型-FeOOH)と、Ti( ), Cu( )を10原子%未満でそれぞれ添加したさび試料(α相, β相, γ相)を作り、透過法によるFeのXAFS測定を行った。その結果、Ti添加したβ相は8面体ネットワーク構造が崩れ、さびが緻密化すること、Cu添加したβ相は8面体ユニット中心位置のFe原子が一部Cuと置換する可能性のあることを明らかにした。

#### 3-5. 青・緑LED用InGa<sub>x</sub>N混晶のXAFSによる局所構造解析<sup>[4,9]</sup>

ソニーの宮島らは、青・緑LEDや青色LDなどの発光層に用いられるIn<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N混晶のIn組成変化に伴うIn周りの局所構造変化を評価した。通常、In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N混晶ではIn組成xを調整して発光波長を変化させるが、In組成を20%以上にすると、In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N混晶は相分離し発光特性が著しく劣化する。そこで、相分離の前兆を捉える目的で、In組成20%以下のIn<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N混晶のInを蛍光XAFS測定した。その結果、第二近接のIn配位数は、Inが完全に均一にかつランダムに分布している場合よりも1~2配位大きいことが判り、In組成が十分低く相分離しないと考えられているInGa<sub>x</sub>N混晶でもInの凝集が起こるといった描像を得た。

(株)日立製作所 平井康晴)

#### 参考文献

- [1] 神戸製鋼所、三洋電機、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、日本電気、日立製作所、富士通研究所、富士電機総合研究所、松下電器産業、三菱電機(50音順)
- [2] 泉弘一ほか: SPring-8利用者情報 **4**(1999)20; 久保佳美: ibid. **6**(2001)103.
- [3] 第13回日本放射光学会年会(2000/1/8、岡崎)で報告。
- [4] 2001年8月3日に共同体主催、JASRI協賛で「サンビーム研究発表会」を開催。「サンビーム研究発表会内容梗概集(2001)」に各社利用実験の結果が纏められている。
- [5] T. Nonaka et al: XAFS XI, Ako, Japan (2000/7).
- [6] T. Yamamoto et al: SPring-8 User Experiment Report No.6 (2000B)203.
- [7] H. Yoshida, et al: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)397; H. Yoshida et al: Solid State Ionics **140** (2001)191.
- [8] T. Nakayama et al: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)414., ibid. No.6(2000B)199., 渡部 孝ほか: 第14回日本放射光学会年会予稿集(2001)

p.126,

- [9] T. Miyajima et al: The fourth International Conference on Nitride Semiconductors(Denver, July 16-20, 2001).