

高分解能検出器とSPring-8の外観（SPring-8提供）

極微量の組成や構造を明らかに

SPring-8の活用による成果

さまざまな材料の微細構造を明らかに

物質中の極微量元素の分析

化石燃料中の微量物質評価に適用

ひとこと 材料科学研究所 機能・機構発現領域 主任研究員 山本 融

さまざまな材料の微細構造を明らかに

電力中央研究所では、材料の組成や構造を詳細に解明し、新たな革新材料や、評価技術の開発をめざしております。この研究を進めるために必要となる微細な構造解析や、超微量物質の分析のため、SPring-8 (Super Photon ring 8GeVの略) を用いています。

SPring-8は、財団法人高輝度光科学研究センター(兵庫県)が運営する施設です。ここでは、電子をリング状の加速器で加速して、光子(=「放射光」という強い光)を発生させることができます。そして、従来のX線発生装置の1億倍の明るさという、世界最高レベルのこの光を利用すれば、物質の種類や構造、性質を詳しく知ることができます。

当研究所は、このSPring-8の利用メンバーとして、産業用専用ビームライン施設を用いた研究を実施しています。

燃料電池の電極材料の分析

SPring-8の強力なX線を利用したX線吸収端微細構造(XAFS)分析は、物質にX線を照射し、発生する固有のXAFSスペクトルから、元素の周りの構造を解析するものであり、幅広い研究分野において、物質の化学形態を解明する手法として期待されています。

XAFS分析には試料を透過したX線強度を計測する透過法と、X線の吸収の過程で発生する蛍光X線を計測する蛍光法があります。

当研究所では、これまでに透過法XAFS分析技術を利用して、次世代の燃料電池として期待される固体酸化物型燃料電池(SOFC)の電極材料のひとつである、ランタンマンガンナイトを、1000 の高温ガス中の環境下で観測し、原子間距離の特性や結晶構造の変化から、高温域で安定した電極材料であることを証明しました。

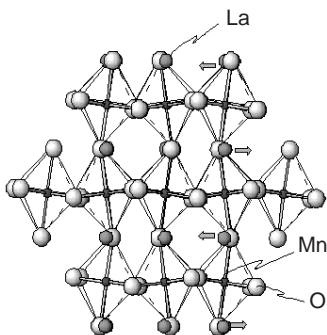


図 ランタンマンガンナイトの結晶構造

パワー半導体材料の欠陥評価

当研究所では、将来、パワー半導体の材料として幅広い利用が期待されるシリコンカーバイド(SiC)についても、SPring-8の高輝度X線を用いて、トポグラフィと呼ばれる特殊な方法で結晶を撮影し、詳細な分析を行っています。

この方法では、SiC結晶中に含まれる結晶欠陥を、非破壊、広範囲、高分解能で、かつ短時間に分析することが可能です。これらの測定結果を材料合成技術にフィードバックし、欠陥を減少させて、SiC結晶の高品位化を図ることにより、パワー半導体素子の高性能化に大きく役立てています。

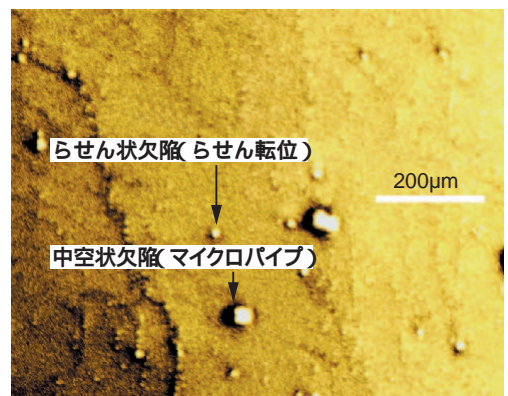


図 X線トポグラフィにより可視化されたSiC結晶の欠陥構造

物質中の極微量元素の分析

極微量の物質を調べる

透過法XAFS分析では、 $10^3 \sim 10^4$ mg/kg程度の濃度まで分析が可能ですが、環境物質や生体試料のように、さらに低濃度の物質を分析するには、微量な元素や物質表面付近から発生する蛍光X線を利用した蛍光法XAFS分析が有効です。また、この方法は、粉碎や希釈などの操作が困難なものにも適用できる利点があります。

当研究所における蛍光法XAFS分析では、半導体検出器へのXAFSスペクトルの取り込み角度などを最適化することで、ノイズとなる散乱X線を低減し、従来より1桁以上、S/N比の改善に成功しました。

これにより、チタンより重いほとんどの金属元素で、10mg/kg程度の濃度まで分析が可能になりました。

さらなる高精度化へ向けて

当研究所と産業界専用ビームラインの参考各社は共同で、蛍光X線分析法による超微量物質の検出能力を飛躍的に向上させる「高分解能検出器」を開発しました。

これにより、エネルギー分解能の向上と、測定の妨げになる散乱X線によるバックグラウンド（微量な物質からの蛍光X線とは無関係に観測されるX線）の低減やS/N比のさらなる改善を図りました。また、元素中の最内殻電子の励起が可能な金属元素のうち、チタンからセリウムまでのほとんどの元素に対して、1mg/kg以下の分析下限濃度を達成することができました。

これは元素分析能力としては世界でも最高水準のものとなっています。

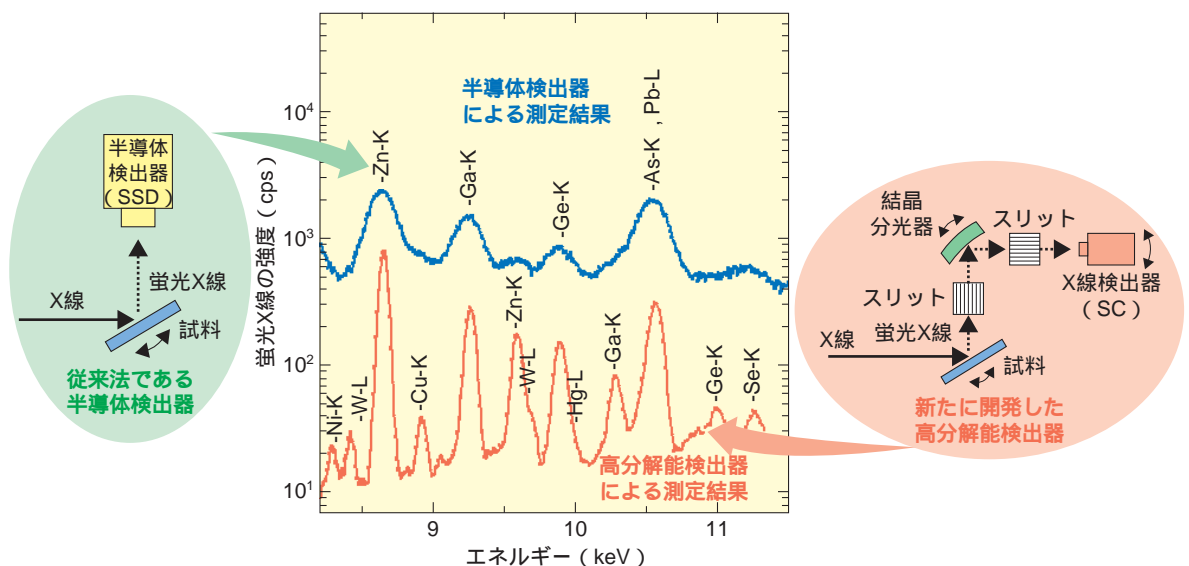


図 新たに開発した高分解能検出器と、従来法である半導体検出器の性能比較

(結晶分光器、スリットを備えた高分解能検出器の開発により、混合物中の微量物質のXAFS分析に必要なエネルギー分解能とS/N比を飛躍的に改善した。)

化石燃料中の微量物質評価に適用

石炭や燃焼灰の化学形態の解明

これまで、石炭や燃焼灰のように、多様な化合物が複雑に混在するものにおいて、極めて微量に含まれる金属元素の化学形態を特定することは、ほとんど不可能と考えられていました。

しかし、石炭などの化石燃料では、プラント内部での挙動を把握する上で、化学形態の特定はとても重要になります。そこで当研究所では、石炭やフライアッシュの標準試料を例に、XAFS分析の適用範囲の検証を試みました。

この結果、これらの物質においても、透過法XAFS分析および高分解能検出器を利用した蛍光法XAFS分析が精度良く適用できることがわかりました。さらに、標準物質のXAFSスペクトルと照合することで、この濃度レベルでの化学形態の特定と混合比率の定量化が可能になりました。

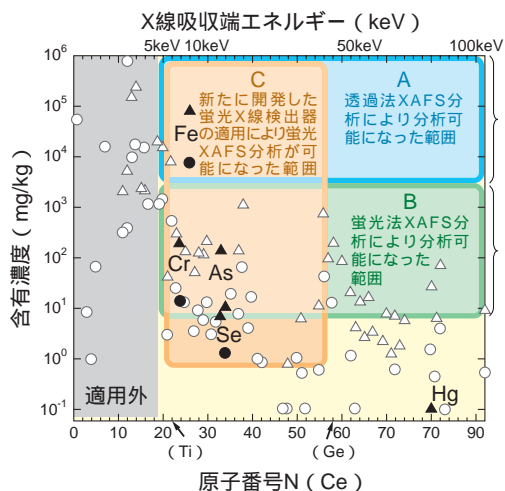


図 各種XAFS分析法による測定可能範囲

これからの展開

当研究所のSPring-8用いたXAFS分析では、多様な化合物が複雑に混在する物質系に対して、透過法ならびに蛍光法XAFS分析が適用可能な濃度範囲を明らかにするとともに、混合物中の微量物質の化学形態の特定が可能な分析技術を開発することができました。

今後、石炭や燃焼灰での成果を、実際の発電所内での微量物質挙動評価に用いる他、機能性材料の開発など、当研究所が進めるナノテクノロジー先端科学技術の研究領域への展開を図っていきます。また、産業界の幅広い分野において利用を進めていきます。

ひとこと



材料科学研究所
機能・機構発現領域
主任研究員

山本 融

てています。

今後、さらにSPring-8を活用することで、材料研究における諸課題を解決し、産業分野での開発や評価を通じて、広く社会に役立てていきたいと考えています。

SPring-8の放射光により、これまで解明が困難であった各種の物質に関する詳細な情報が得られるようになりました。

特に、経験や試行錯誤によるが多かった材料の評価において、極めて有効な分析技術であり、機能性材料の開発に役立

既刊「電中研ニュース」ご案内

- No.401 解明すすむ微量放射線の影響
- No.400 瞬低対策用の解析ツールを開発

- No.399 CRIEPIのうごき 2004.7夏
- No.398 米国での停電の影響