

## UVSOR-III における STXM 用低エネルギー光学系

P65

Low energy optics for a scanning transmission X-ray microscope at UVSOR-III

大東 琢治 ohigashi@ims.ac.jp

分子科学研究所 極端紫外光研究施設

## 1. リチウムイオン電池分析

今日、エネルギー備蓄問題から、リチウム二次電池は我々の生活に欠かせないほど、安価かつ広く普及している。将来的にはより高性能な電池の開発が必要となるが、その一方において、リチウムイオン電池の充放電のプロセスにおけるリチウムの化学状態や分布などの主要な情報は、適切な分析手法がないことから、未解明のままになっていることが多い。そこで高空間分解能でリチウムを直接分析可能となる手法の開発は、喫緊の課題となっている。そのため、これまでに光電子顕微鏡、Auger 電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡による Electron Energy Loss Spectroscopy による手法が開発され、利用されてきた。他の手法として、X 線吸収分光法が可能性を有するが、光源や高次光など、解決すべき課題が多いことから、実現されてこなかった。そこで本研究では、走査型透過 X 線顕微鏡 (Scanning Transmission X-ray Microscope, STXM) の光学系を検討することで、特にリチウムをターゲットとした顕微分析手法の開発を行った。

## 2. 走査型透過 X 線顕微鏡

STXM は X 線用光学素子である Fresnel zone plate (FZP) と Order select aperture (OSA) を組み合わせることにより、入射単色 X 線を試料上に、数十 nm のスポットサイズのマイクロビームとして集光し、試料をラスタースキャンしながら透過光強度を測定することで、X 線透過像を得る装置である。この際、入射単色 X 線のエネルギーを変化させながら X 線透過像を得ていくことで、2 次元 X 線吸収スペクトルを得ることができる[1]。

リチウム分析を行うためには、その K 吸収端 (55 eV) を励起可能なエネルギー領域を利用可能な光源が必須である。その点において、分子科学研究所にある放射光施設、極端紫外光研究施設 (UVSOR) は、世界的にも有数の軟 X 線領域以下の低エネルギー領域の利用に長じた光源である。そしてその際生じる問題として、FZP の焦点距離が極端に短くなることにより、OSA と試料間のワーキング距離が充分ではなくなることと、分光器から生じる多量の高次光によるスペクトルの汚染、そして低エネルギー領域では一般的に物質に対する X 線吸収が大きいため、高次光除去のための透過フィルターなどが利用し難いという問題が挙げられる。そこで本研究では、長焦点であり、200 nm 厚のシリコンを基盤とする特殊な FZP を開発することにより、2 次以上の高次光を抑制し、上記に挙げた問題を一挙に解決することに成功した。

## 3. 標準試料測定

本研究で構築した光学系を用いて、標準試料である塩化リチウム粒子の測定を行なった。図1左に従来の FZP、右に本研究で開発した FZP を用いて取得した顕微画像とリチウム K 吸収端における X 線吸収スペクトルを示す。従来の FZP では特徴的なスペクトル形状は見られないものの、本研究の FZP では6本のピークを確認することができた。

## 4. 今後の展開

リチウム電池は一般的に、大気や水分によって、酸化などの変質を起こしてしまうことが知られている。そのため、大気非暴露試料搬送システムを開発しており、稼働中である。またこの装置は施設間分析リンケージシステムにも対応しており、より多角的分析も可能である[2]。今後のリチウム電池開発がよりいっそうの進展を示すことが期待される。

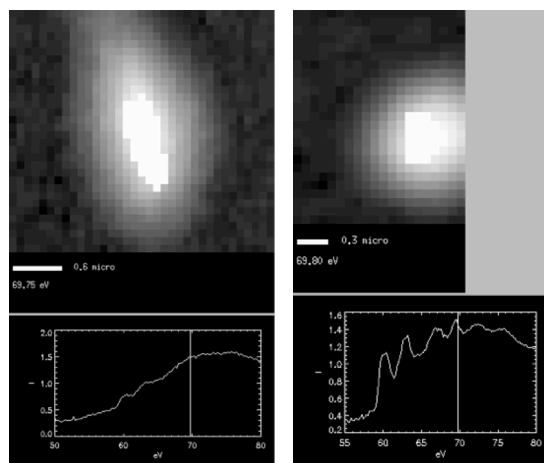


図1 塩化リチウム粒子の X 線透過像と X 線吸収スペクトル。それぞれ、左: 従来の FZP と 右: 本研究で開発した FZP を用いて取得した結果

## 【共著者(所属)】

湯沢 勇人(分子科学研究所)・小杉 信博(分子科学研究所)

## 【参考文献】

- [1] T. Ohigashi, et al., J. Phys.: Conf. Ser., 463, 012006, 2013.  
[2] T. Ohigashi, et al., submitted

## 【関連 WEB】

- [1] <https://www.uvsor.ims.ac.jp/staff/BL4U>