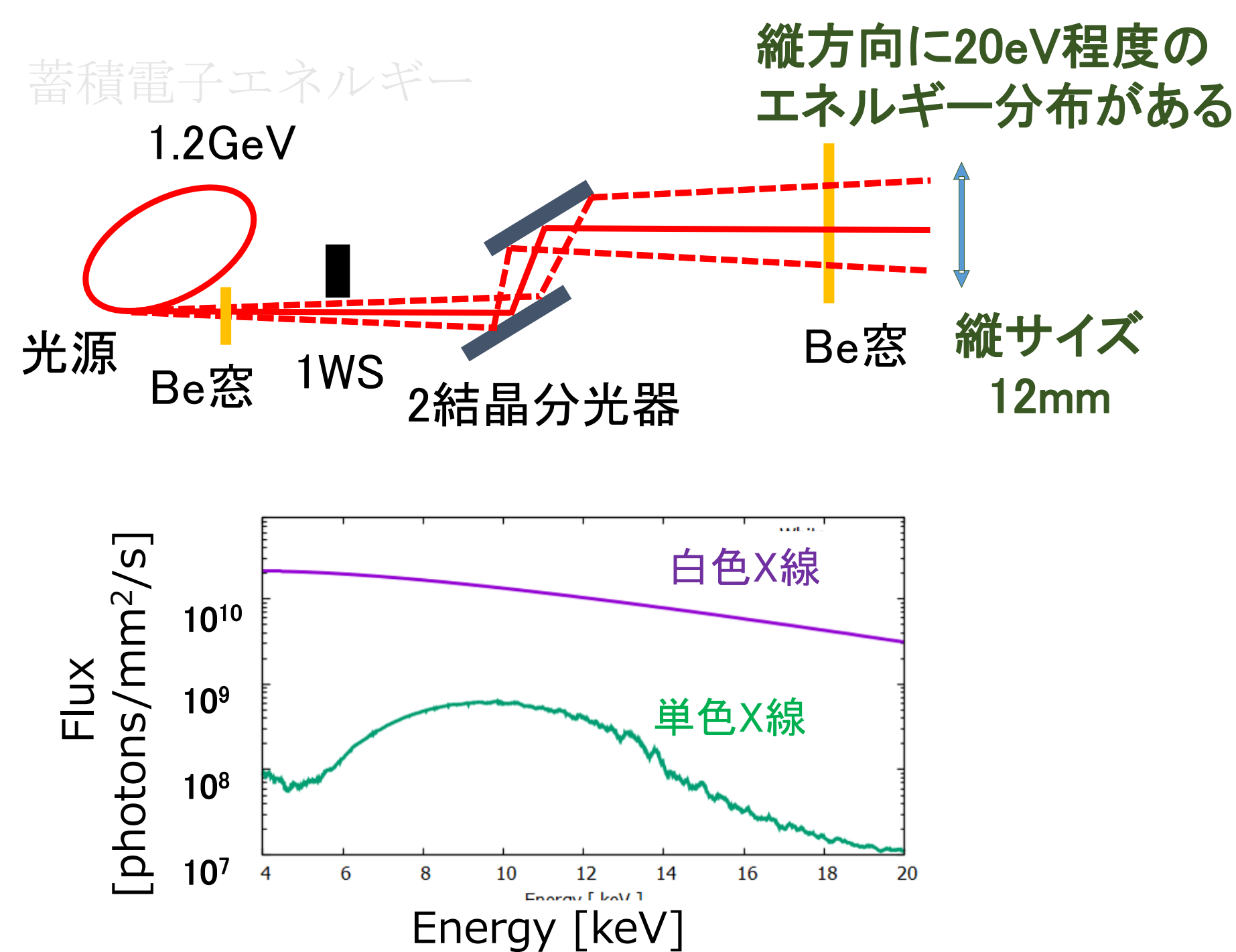


AichiSR BL8S2 イメージングXAFS測定システムの開発

桜井郁也、花田賢志、永見哲夫(あいちシンクロtron光センター)、
田淵雅夫(名大SRセンター)、竹田普吾、加藤弘泰(スプリングエイトサービス)

ビームライン BL8S2 とイメージングXAFS(2D-XAFS)測定システム

【BL8S2 の構成と輝度分布】

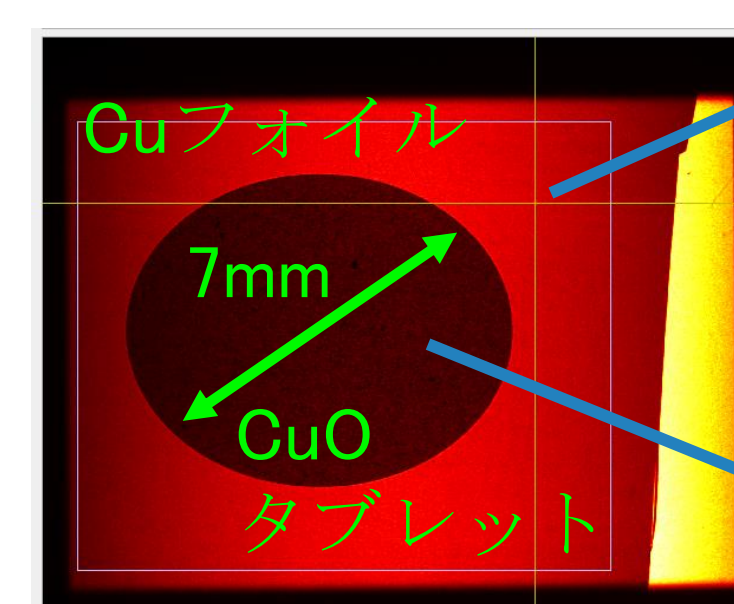


- ・ X線エネルギー: 7-24 keV
- ・ ビームサイズ: 40mm x 12mm
- ・ 白色X線/単色X線を切り替えた実験が可能
- ・ トポグラフィ、X線CT、LIGA、照射実験に対応

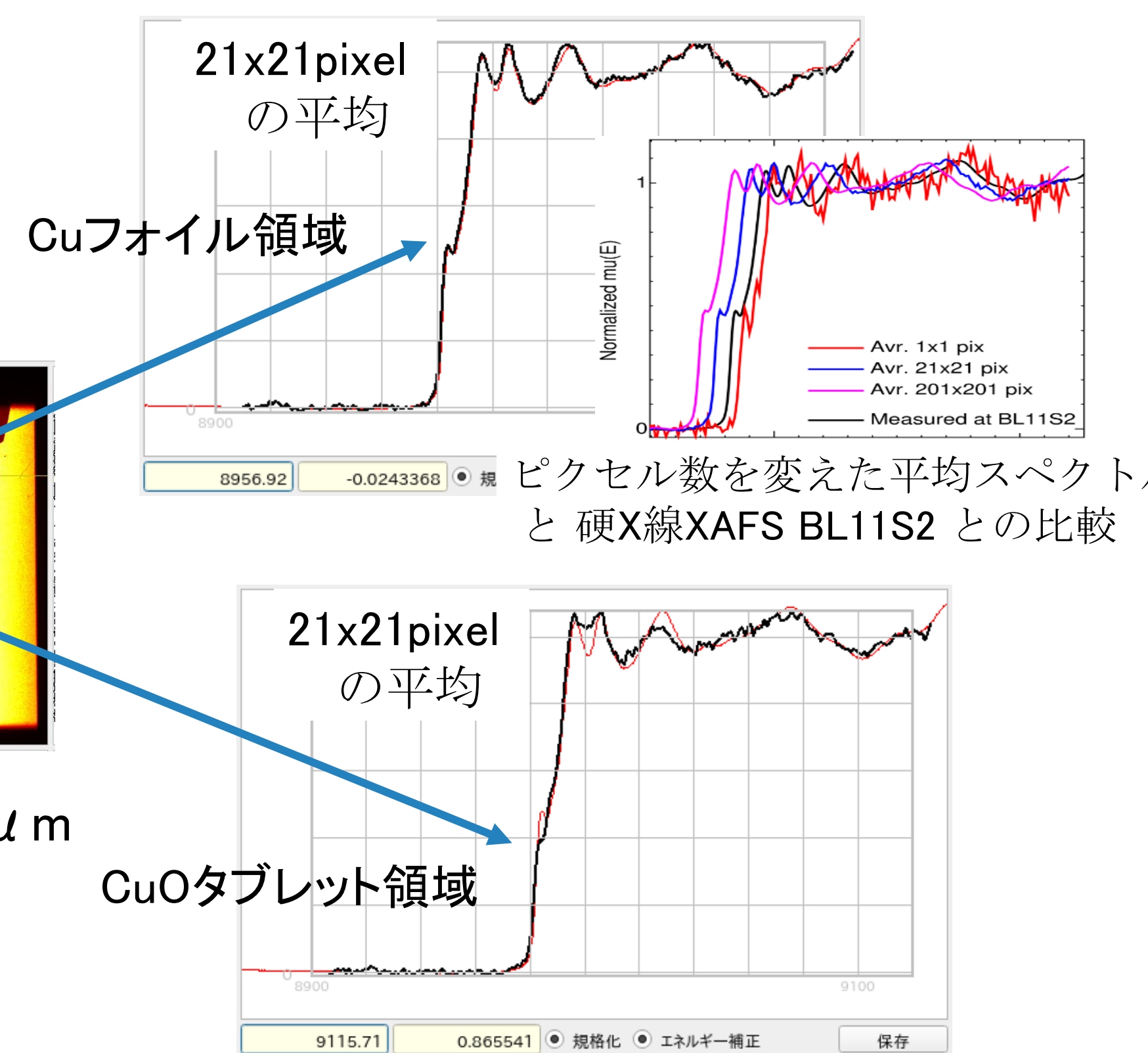
【BL8S2 による2D-XAFS 測定】



BN希釈 CuOタブレットを使用して2D-XAFS測定の性能検証を行った。CuOタブレットをCuフォイル上に重ね、入射エネルギーを1eV毎に変えながら1点、100msec、合計200枚の像を取得
1Scanの測定時間は約10分
⇒ 現在は、さらなる高速化に成功
1Scanの測定時間は30秒-2分程度



- ・ 1pixel 6.5x6.5 μm
- ・ 視野 13mm角



検証結果

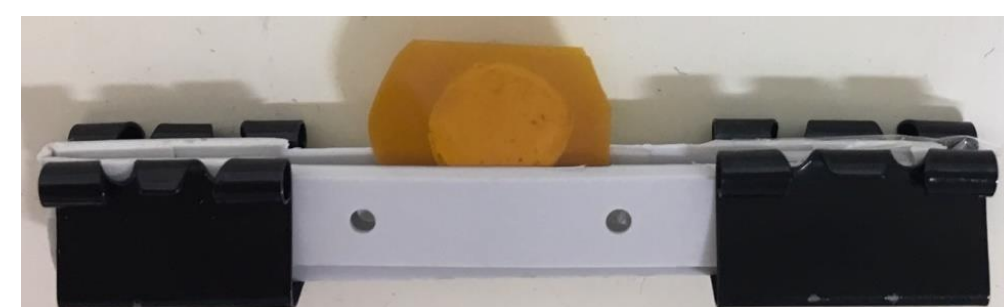
選択するピクセル領域を変えて取得したスペクトルデータを比較硬X線XAFS BL11S2のデータと合わせて検証を行った。本測定では、130 μm角(21×21pixel)の領域を取れば十分なエネルギー分解能が得られることが実験から確認できた。

3次元 CT-XAFS法 による試料中金属元素価数分布の三次元可視化測定

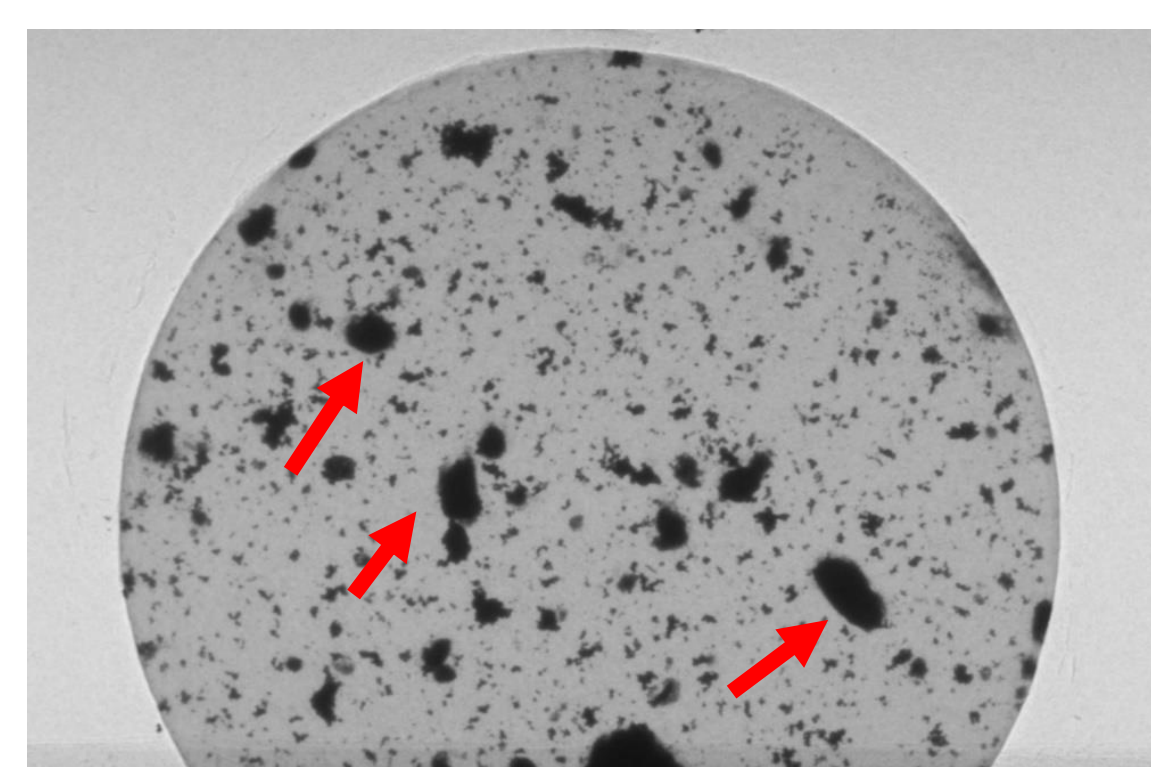
- ・ 測定エネルギー: 8960, 8980, 8990, 9000, 9010, 9020, 9030, 9040, 9060, 9080, 9100, 9120 eV (計12エネルギー一点でCT測定)
- ・ CT測定: 180度の範囲を0.15度で刻み 1200枚撮影 (各点測定時間 25msec, 1エネルギーのCT測定は5分程度)
→ 測定時間: 合計 5分 x 12エネルギー = 60分程度

【測定エネルギーを変えて試料のCT撮影】

【測定試料】

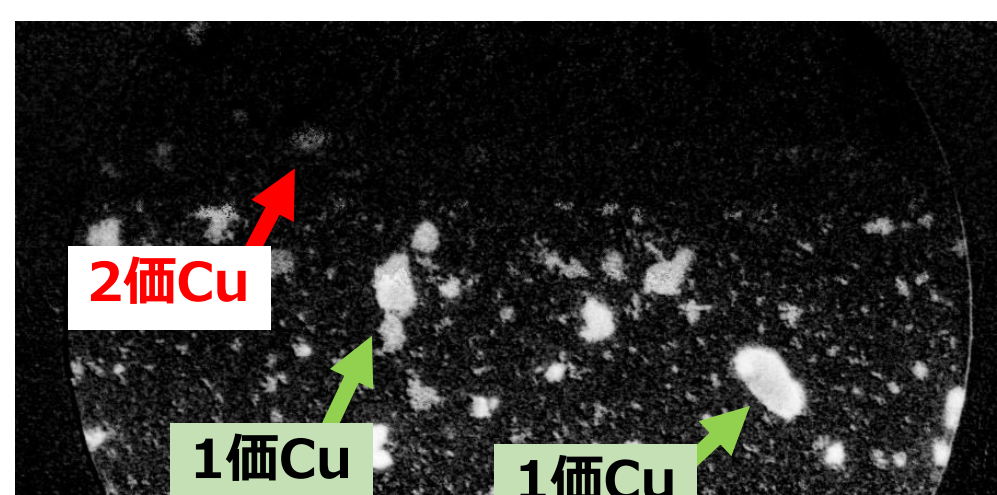


BN希釈 CuO, Cu₂O 混合タブレット
(意図的にあまり混合せず)

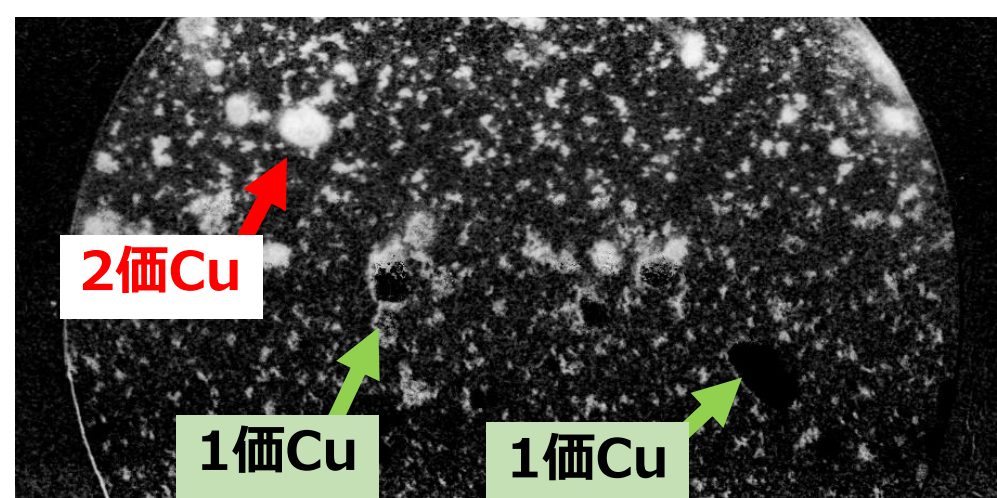


【2次元価数分布マップの作成】

1価 Cu分布マップ



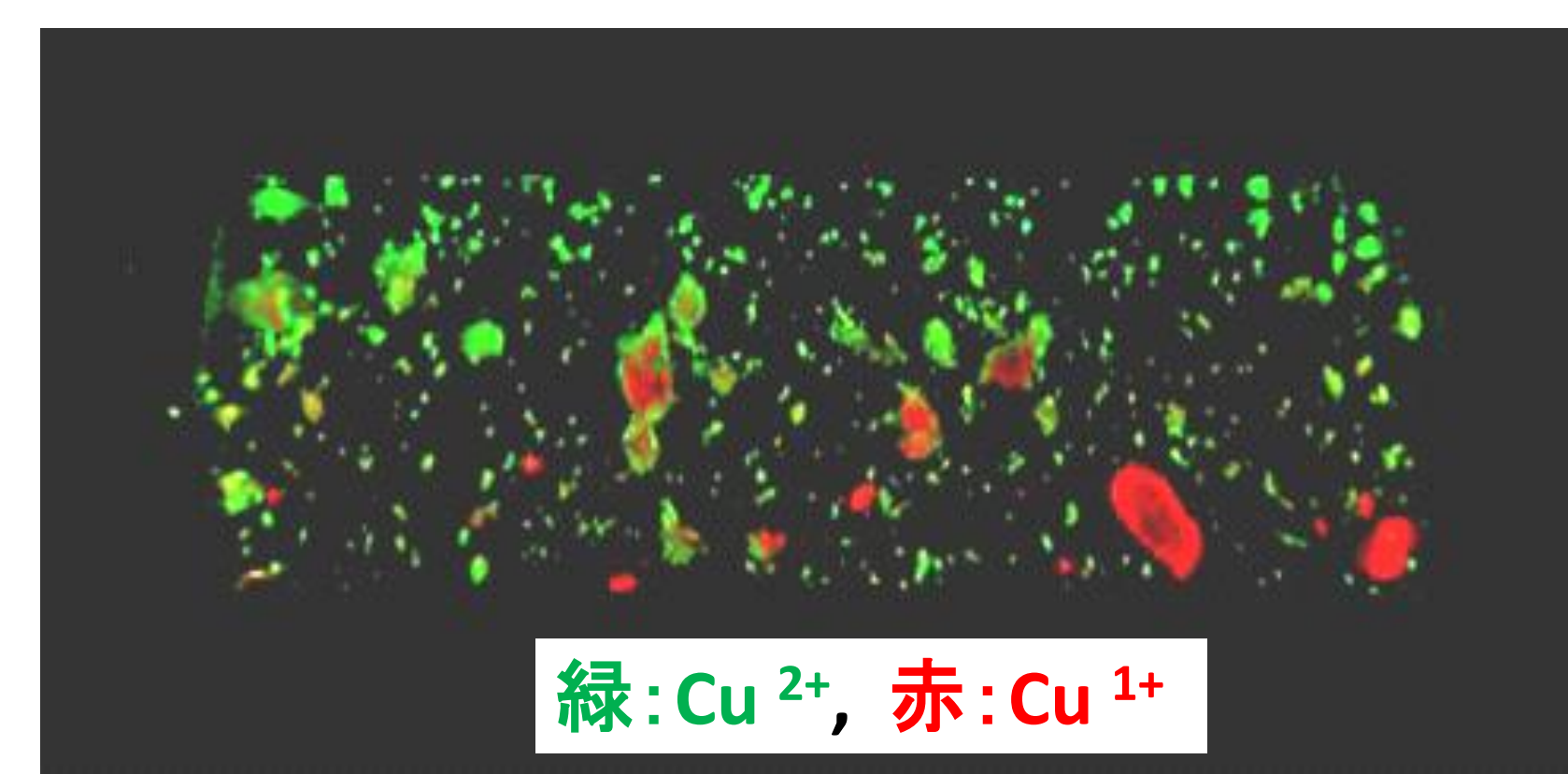
2価 Cu分布マップ



画像再構成

【CT-XAFS画像の再構成】

3次元 CT-XAFS 結果



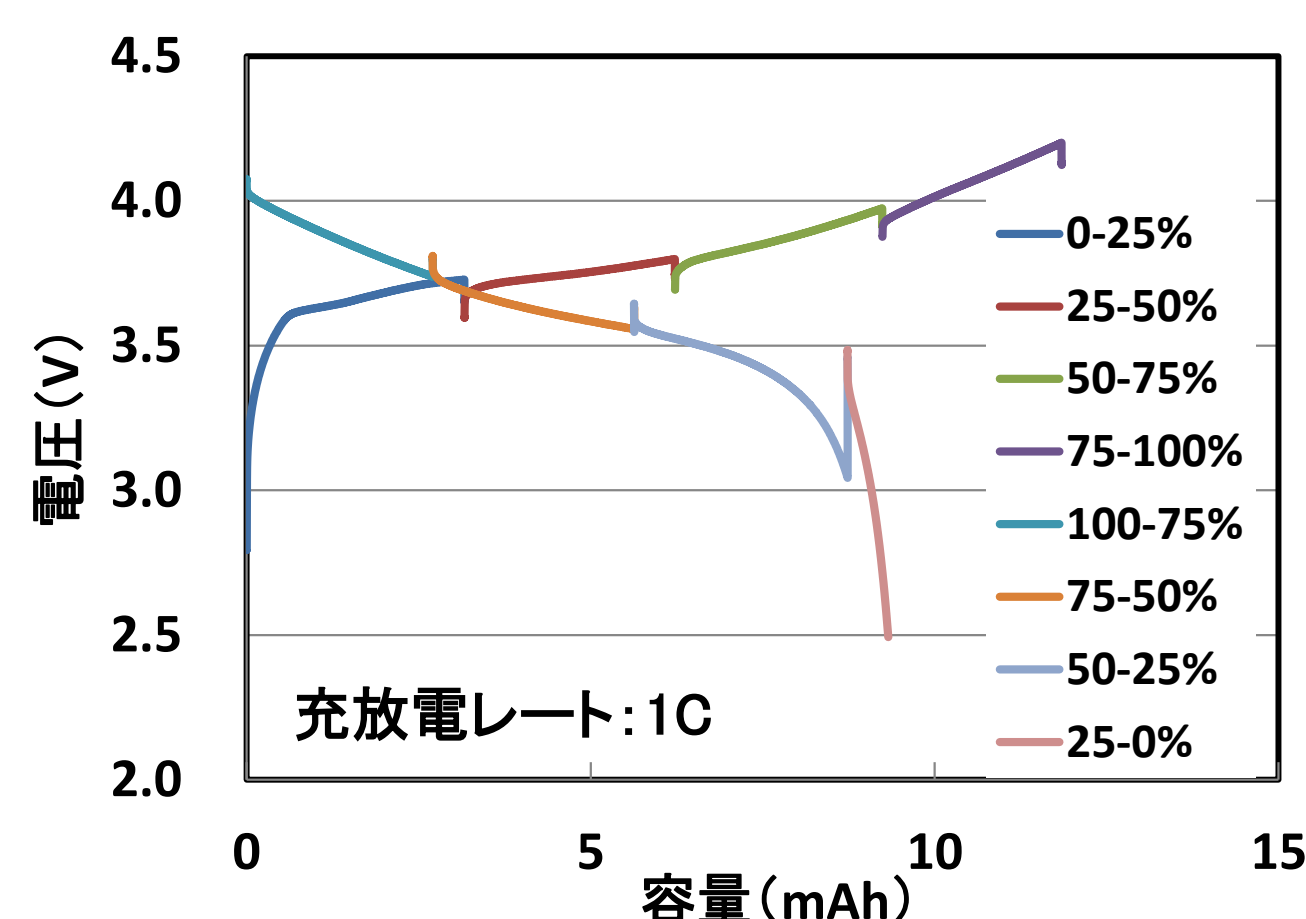
Cu 価数の三次元分布の可視化に成功

測定利用例: 名古屋大学シンクロtron光研究センター 田淵雅夫 高速 2D XAFS測定によるリチウムイオン電池正極の充放電に伴う価数変化の可視化

【2D-XAFS測定】

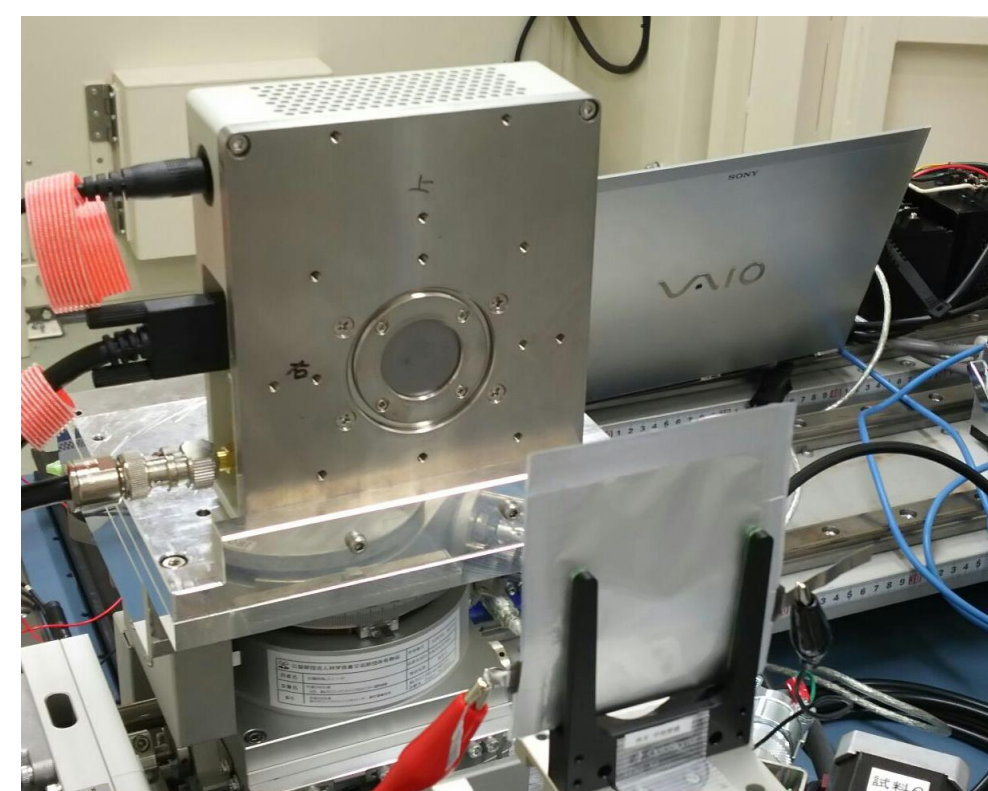
- ・ 測定対象: Ni K-edge
- ・ エネルギー範囲: 8,228~8,428 eV
- ・ エネルギーステップ: 1eV
- ・ 測定面積: 12mm x 13mm
- ・ 充電率(SOC) 25%刻みで測定
- ・ 測定所要時間: 7分

【充放電特性(初期)】

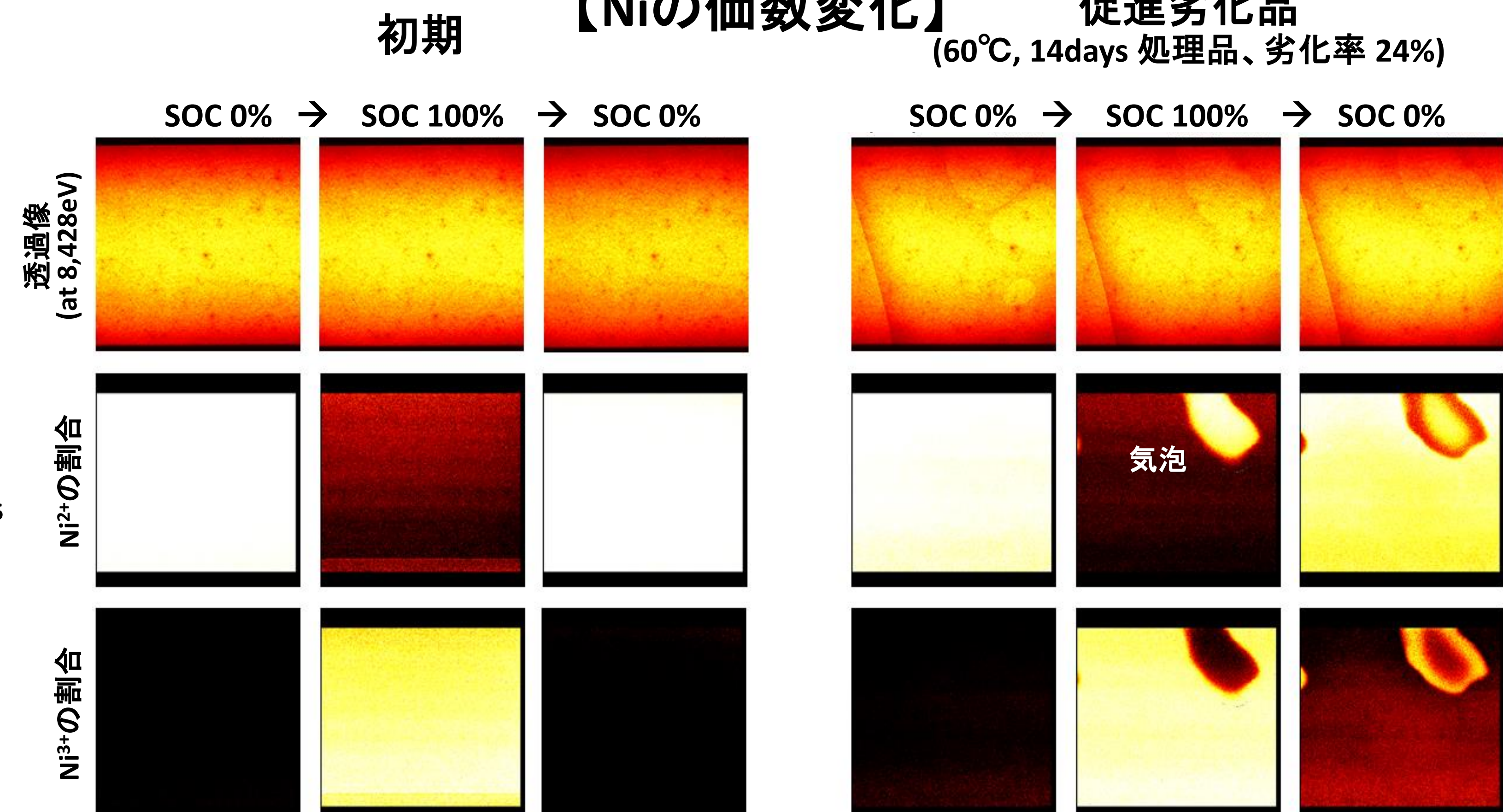


【測定試料】

- ・ 正極: NCM, Al箔 15 μm
- ・ 負極: 人造黒鉛, Cu箔 10 μm
- ・ 電解液: 1M LiPF₆, EC:EMC:DMC=1:1:1



【Niの価数変化】 促進劣化品 (60°C, 14days 処理品、劣化率 24%)



初期: 充放電に伴いNiの価数変化が測定できた
促進劣化品: 気泡部は充放電してもNiの価数変化は小さい