

## 実験室系 X 線分光装置を用いた化学状態分析の活用事例

### Application example of chemical state analysis with a laboratory X-ray spectrometer

島津製作所<sup>1</sup>, °大森 崇史<sup>1</sup>、佐藤 賢治<sup>1</sup>

Shimadzu Corp.<sup>1</sup>, °Takashi Omori<sup>1</sup>, Kenji Sato<sup>1</sup>

E-mail: omori.takashi.8dk@shimadzu.co.jp

実験室系の X 線分析手法の 1 つとして、蛍光 X 線 (XRF) 分析がある。これは前処理工程の負担が少なく、非破壊で、定性分析から定量分析まで実現できるという利点から、工業用途で幅広く活用されている。とりわけ電気電子分野での RoHS 規制対応のスクリーニングの現場で多用されている。さらに、学術分野においては、状態分析へのアプローチとして、エネルギー分解能を高めることでケミカルシフトと呼ばれる数百 meV 以下のピークエネルギー変化の観測がなされている。しかし、測定時間や安定性といった観点から広く普及するには至っていない。

一方で、放射光施設を利用した X 線吸収端微細構造 (XAFS) 分析では、その高輝度な X 線によって、測定対象元素の電子構造や配位構造、測定対象元素周りの局所構造など、化学状態情報を得ることができる。しかし、施設の利用時間が限られているため、必要な時に必要な分だけ自由に測定を行うことは難しい。

そこで、XAFS 分析を補完できるような、簡便で安定性の高い XRF 分析装置として、同時多波長分散型蛍光 X 線分析 (PS-WDXRF) 装置を開発した[1]。特徴として、分光結晶の発散方向に一次元検出器を配置して特定波長範囲の蛍光 X 線を同時取得することで結晶と検出器の駆動をなくし、装置安定性を高めている。限られた放射光施設の利用時間の中で、試料を XAFS 分析に回すべきかどうかのスクリーニングとしての利用が期待される。この装置を用いて、リチウムイオン電池の代表的な 3 元系正極活物質である NCM523 の分析を行ったところ、充放電における Ni や Co の価数変化をピークエネルギー変化としてとらえることができた。リチウムイオン電池の開発は Li イオンの脱離・挿入による各構成材料の反応機構や劣化原因の解明が必要不可欠であり、今回の成果は非常に有用であると考えている。当日は電池分野だけでなく、鉄鋼分野などその他の活用事例についても報告する。

【参考文献】 [1] K.Sato, et al., *Anal. Chem.*, **92**, 758 (2020).