



走査型透過X線顕微鏡による固体電解質の状態解析

放射光X線を用いた顕微鏡法で、化学状態をマッピングできます。

走査型透過X線顕微鏡法(STXM)の概要

- 走査型透過X線顕微鏡法(Scanning Transmission X-ray Microscopy: STXM)では、物質に放射光を光源とした微小X線(30nm程度)を照射し、透過するX線の強度を計測します。このとき、入射X線のエネルギーを変えていくと、透過X線強度は特定のエネルギー吸収端と呼ばれます)において大きく変化します。この変化はX線吸収微細構造(XAFS)と呼ばれ、物質の化学状態(価数や結合状態)を反映します。

さらに、サンプル位置をスキャンしながら透過X線強度を計測することで、2次元の透過X線強度イメージを得られます。これらを組み合わせて、入射X線エネルギーの異なる透過X線強度イメージを重ね合わせる(イメージスタック、図1)ことにより、2次元の化学状態マッピングが可能となります。

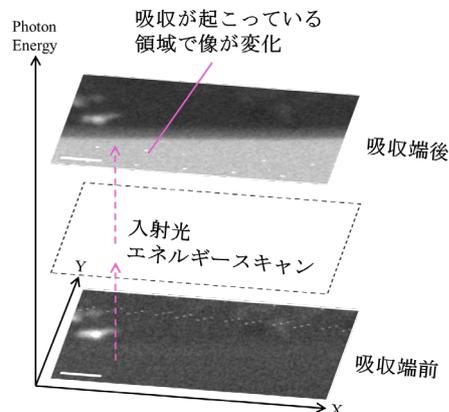


図1 透過X線像のイメージスタック

全固体電池における活物質-電解質の化学状態分析

- 集束イオンビーム加工装置により薄膜化した劣化試験後全固体電池を大気非暴露搬送し、取得した透過X線像(X線エネルギー: 540eV)を図2に示します。図示した薄膜サンプル中で、暗部は酸素が存在することを示します。電解質部を見ると、固体電解質中にも酸素が存在している(酸化している)ことが分かります。

入射X線エネルギーを走査することで、各点の吸収スペクトルを得られます。吸収スペクトルは化学状態の違いに敏感で、部位によって明瞭な違いがあります(図3、図4)。さらにこれらの成分比を画像化し、化学状態マップ(図5)が得られます。

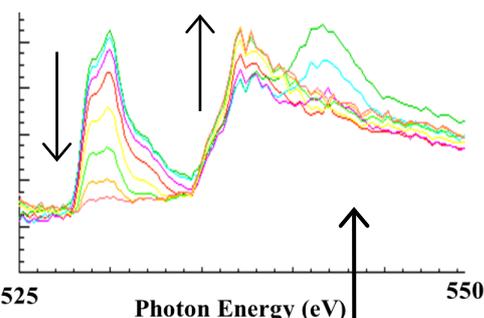


図4 活物質-電解質界面を横断する吸収スペクトルの変化

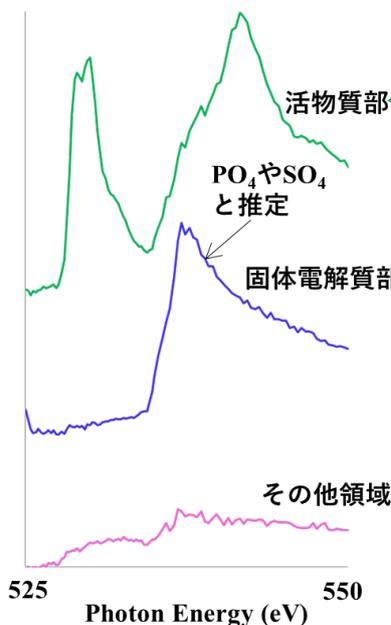
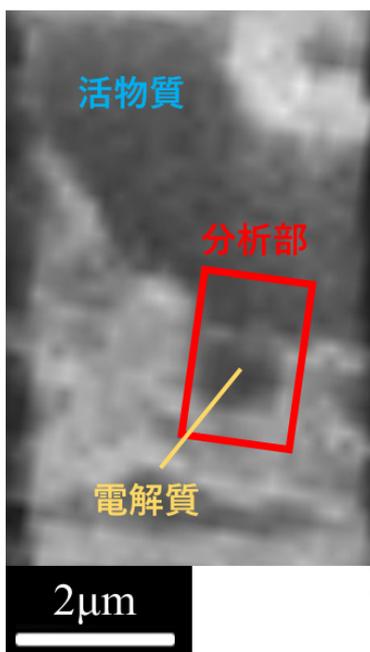


図3 代表領域の酸素K吸収端吸収スペクトル

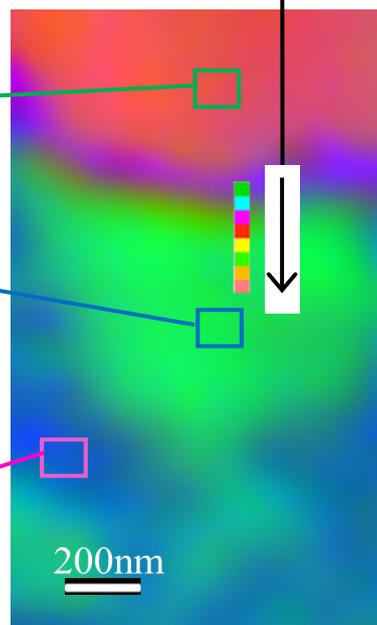


図5 活物質-電解質の化学状態マップ

図2 全固体電池の透過X線像(X線エネルギー: 540eV)