

# X線干渉法を用いた位相オペランド観察

米山明男、高松大郊、平野辰巳  
(株)日立製作所 研究開発グループ

X線干渉法はシリコン単結晶の光学素子で構成された Bonse-Hart 型 X線干渉計を用いてサンプルによって生じた X線の位相シフトを高感度に検出し画像化する方法である。種々ある位相 X線イメージング法の中で最も高感度であり、これまでにガンと正常組織の無造影識別、アルツハイマー病モデルマウス脳内の  $\beta$  アミロイドの可視化と定量解析、表在ガンの *in vivo* 観察と薬剤効果の定量解析などバイオメディカルへの適用に加えて、南極古氷中のエアハイドレートの可視化、天然ガスハイドレートの内部均一性評価、及び燃料電池膜の評価など様々な分野への展開を行ってきた。本発表ではこの高感度な特性を利用して、リチウムイオンバッテリー (LIB) 電解液の電子密度変化などをオペランド (動作中) 状態で初めて観察した結果について紹介する。

観察は PF BL14C に常設した同法の原理に基づいた撮像システム[1]を用いて行った。本システムでは広い観察視野を確保し、多様な実験に対応するために干渉計光学素子を 2 個に分割した分離型干渉計を採用している (図 1)。本干渉計の安定した動作には X線の波長オーダーで光学素子の相対的な位置を制御する必要があるため、主要な回転調整軸を鉛直方向に向けることで重力や床振動の影響を低減している。しかし、通常のビームラインでは X線が横方向に発散しているために観察視野が制限されるため、世界で唯一の縦発散の本 BL14 に設置することで大視野 (30×30 mm 以上) を確保している。LIB のモデルセルは干渉計物体波の光路に設置し、様々なレートで充放電を繰り返しながら位相マップ (サンプルによって生じた位相の空間分布像) の計測を行った。利用した X線のエネルギーは 35 k eV、露光時間は 2 秒、位相のサブフリンジ計測には縞走査法 (走査数 3) を用いた。

図 2 に本測定によって得られた初期状態、充電、及び放電時の代表的な位相マップを示す。充電と放電で電解液の密度が反転していることや、放電では充電ほど位相差がないことなどが判る。本法により、これまで未知であった充放電中の電解液の挙動を初めて可視化できたので、今後は充放電レート、電解液の濃度や種類、及び正・負電極材料との関連など、より実用的な評価が可能になると期待される。

[1] A. Yoneyama, et al., J. Phys.: Conference Series 425, 192007 (2013).

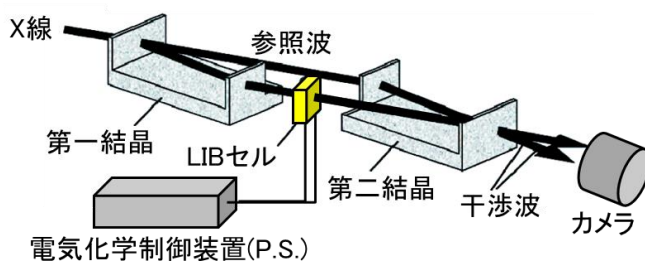


図 1 X線干渉計と電池セルの模式図

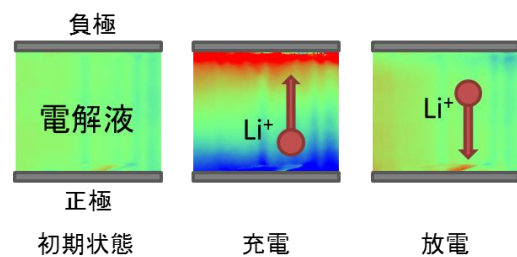


図 2 充放電に伴う電解の密度変化