

リチウムイオン電池正極材料向け化学結合状態解析システム  
Chemical Bonding State Analysis System for LIB positive electrode material

# Xspecia





**Xspecia**

POLYCHROMATIC SIMULTANEOUS WAVELENGTH  
DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE

世界初、ラボ内で完結する正極材向け  
化学状態解析システム

# Xspecia™

## Revolution in battery development.

リチウムイオン二次電池の高容量化や長寿命化に向けた正極材料の評価および劣化・不良解析に最適なシステムです。外部の大型施設を利用することなく、ラボ内で迅速かつ簡単に正極材料の化学状態を評価できます。

精確な分析結果が得られる、駆動部を持たない測定方式

微小なケミカルシフトが観測できる、優れた分解能

直感的な操作性を備えた、専門知識不要のソフトウェア

# 電池正極材料の化学状態評価に最適

正極材料の化学状態評価は、電池の性能向上や性能改善に役立ちます。

## 材料開発や品質改善に

Xspeciaは、電極材料の化学状態評価を通して、リチウムイオン電池の性能と品質の向上に貢献します。



## このような用途に

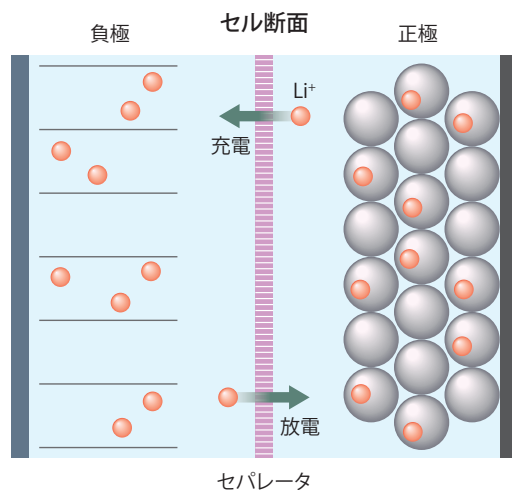
- 電極材を構成する物質の化学状態評価
- 充放電による電極材の化学状態変化の評価
- サイクル充放電試験を経た電極材物質の特性と化学状態との相関を解析



## 化学状態の評価ができる電池材料の例

### 電池正極材料種

▶ Mn, Co, Ni の一元系、二元系および三元系



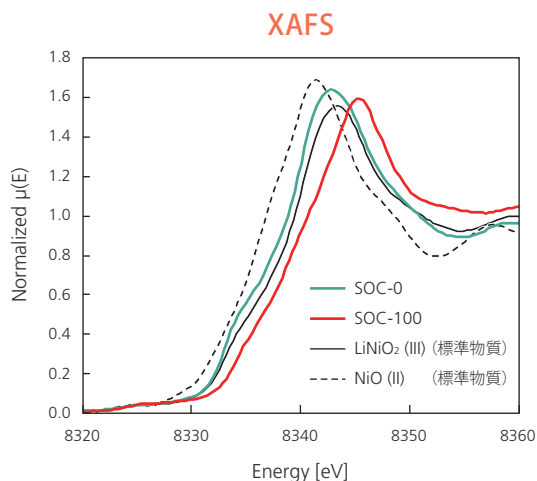
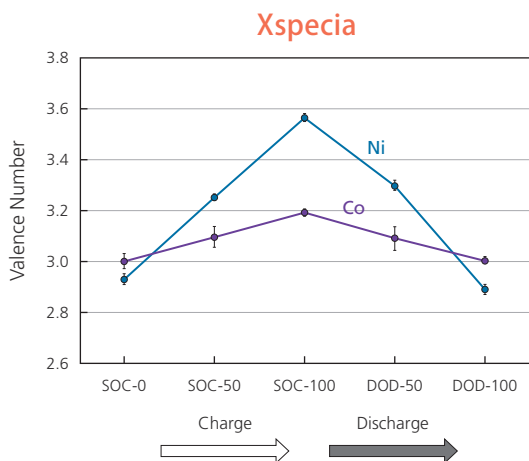
### 様々な正極材の化学状態変化が分析可能

#### ● Ni, Co, Mn の 3 元系正極材料の充放電過程における状態変化

左図は、3元系正極材料中のNiおよびCoの状態変化をXspeciaでとらえたものです。初期状態（充電前）から50%充電状態、100%充電状態、50%放電状態を経て100%放電状態（再初期状態）へと変化する過程を観察しました。この過程において、Ni周辺の化学結合状態変化の大きさが際立っています。初期状態と100%放電状態では約3価を示し、100%充電状態では約3.6価へ変化しています。それに対し

てCo周辺の状態変化量は約0.2価相当であり、CoよりもNiのほうが電荷補償への寄与が大きいです。

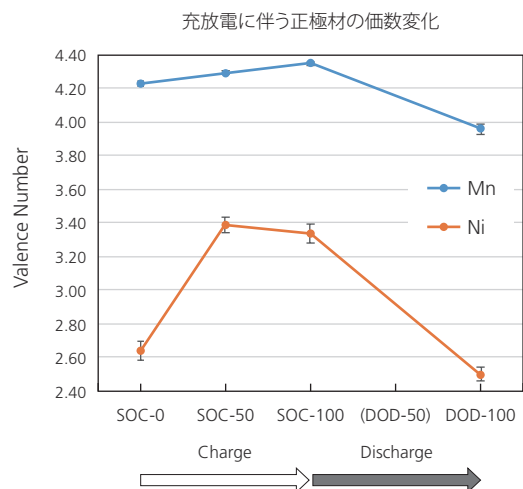
右図は、同じ試料を放射光施設（SPring-8, BL14B2）でXAFS測定した結果です。初期状態（SOC-0）では3価のLiNiO<sub>2</sub>に近いXANESスペクトルが得られ、100%充電時には吸収端がさらに高エネルギー側にシフトしており、Xspeciaから得られた結果と同様の傾向を示しています。



## ● Li過剰系正極材料の化学結合状態変化

Xspeciaを用いて、Li過剰系正極材料 $\text{Li}_x\text{Ni}_{0.2}\text{Mn}_{0.6}\text{O}_2$ の充放電過程における化学状態変化を評価しました（右図）。この正極材料は、リチウムイオン電池の高容量化に向け、層状岩塩型構造における遷移金属層の一部をLiで置換したものです。初期状態、50%充電、100%充電、100%放電（再初期状態）の4つの状態でMnとNiの化学結合状態を評価したところ、充放電状態に対応する化学状態変化が観測されました。この結果は、XANES測定による同様の評価\*と良い一致を示しています。

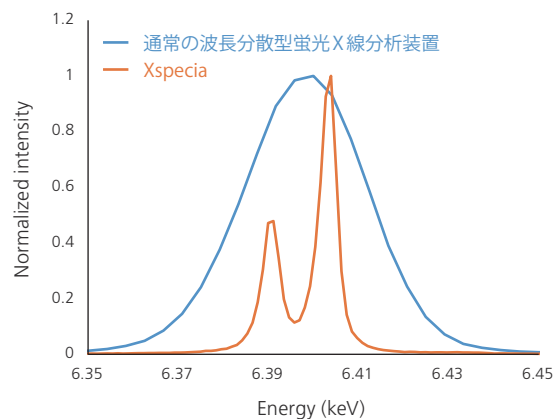
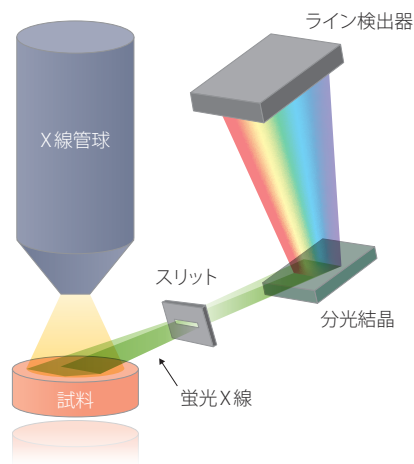
\* Kun Luo et al. *J. Am. Chem. Soc.* 2016.138,11211-11218



## ■ 超高分解能なポリクロ分光方式

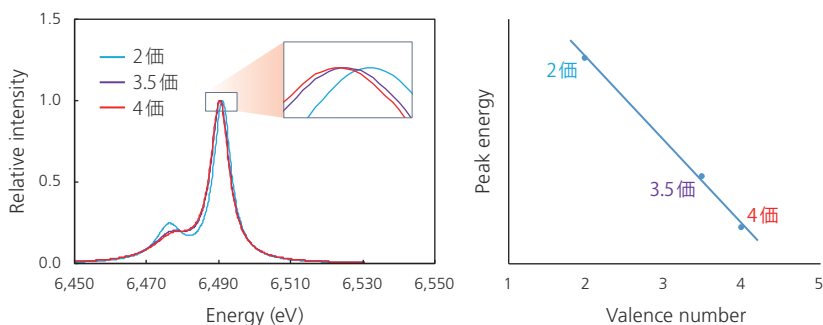
試料にX線を照射した際に生じる蛍光X線を、スリットを介して結晶の各位置でエネルギー毎に分光ライン検出器で検出します。この方式は『ポリクロ分光』と呼ばれ、島津製作所の持つ独自のX線技術により実現したシステムです。最大の特長は、通常のWDX（波長分散型蛍光X線分析）よりも優れ

たエネルギー分解能です。これまでの蛍光X線分析装置では見ることのできなかった、化学状態変化による蛍光X線のエネルギーシフトを捉えることができます。さらに、駆動部を持たない光学系により安定した測定を実現します。



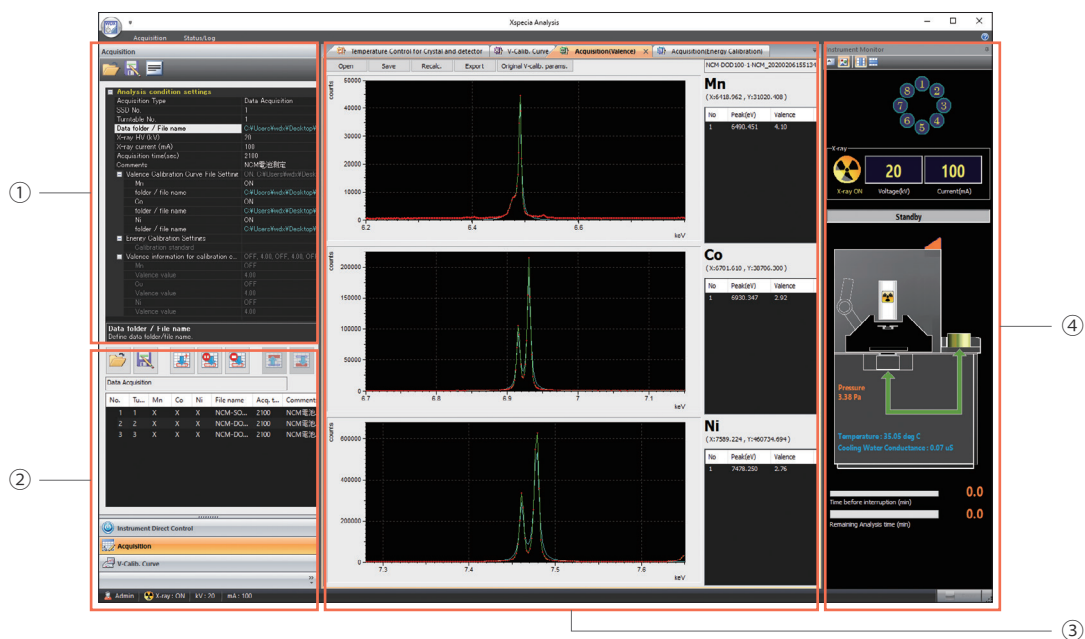
## ■ 試料の状態変化を定量的に解析

Xspeciaは、優れたエネルギー分解能によって、化学状態変化によるケミカルシフトを検出することが可能です。このエネルギー変化を捉え『価数』という状態変化量へ変換します。この関係から、実試料の状態変化が定量的に直接分かります。



## 作業効率を高める一画面表示

Xspeciaのソフトウェアは①測定条件画面、②スケジュール画面、③スペクトル表示および結果画面、④装置状態画面が一画面上に全て表示されているため、全ての情報を一度に確認することができます。



## 仕様

### 基本仕様

|       |                                         |
|-------|-----------------------------------------|
| 測定原理  | 蛍光X線分析法                                 |
| 測定方法  | ポリクロ分光方式                                |
| 測定対象  | 固体                                      |
| 測定範囲  | 6.2 ~ 8.3 keV                           |
| 測定雰囲気 | 常時真空                                    |
| 試料寸法  | 最大直径 51 mm<br>最大 □40 mm<br>試料厚み 38 mm以下 |

### X線発生部

|      |                 |
|------|-----------------|
| X線管  | Wターゲット、最大定格2 kW |
| 電圧   | 20 kV           |
| 電流   | 5 ~ 100 mA      |
| 冷却方式 | 水冷（イオン交換水循環方式）  |

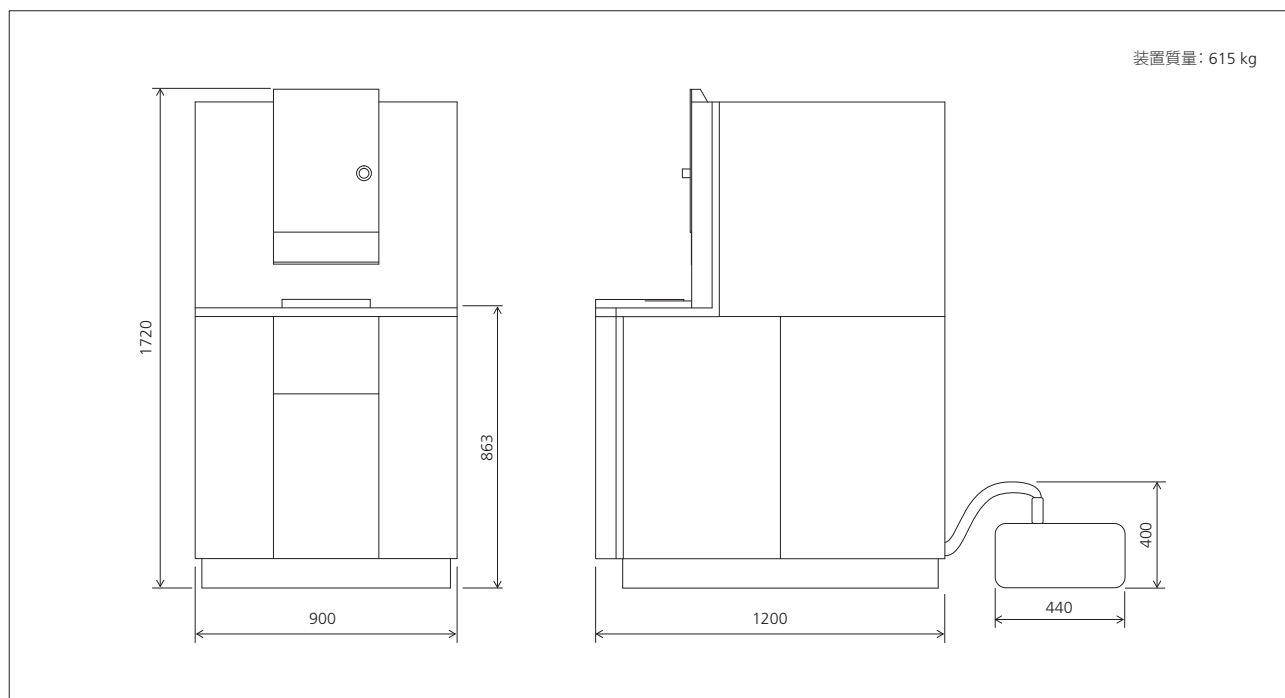
### 分光部

|      |               |
|------|---------------|
| 検出器  | 一次元シリコン半導体検出器 |
| 分光結晶 | Ge (220)      |

### ソフトウェア部

|      |                                                           |
|------|-----------------------------------------------------------|
| 装置校正 | 装置初期化機能<br>エネルギー校正機能 (Fe, Co, Ni)<br>検量線作成機能 (Mn, Co, Ni) |
| 測定管理 | 条件設定 (X線出力、測定時間、<br>検量線選択、ピークフィッティング)<br>単独/スケジュール設定機能    |
| 表示   | 測定スケジュール<br>プロファイル及び価数表示<br>データ表示<br>装置状態表示               |

## 外形寸法および質量



### X線装置設置の届出義務について

X線装置は、設置するにあたり、所轄の労働基準監督署へ設置届の提出が義務付けられています。  
(独立行政法人以外の官庁関係への設置の場合は、人事院への届出が必要です。)

Xspeciaは、株式会社島津製作所の商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

# 株式会社 島津製作所

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3  
(03) 3219-(官公庁担当) 5631・(大学担当) 5616・(会社担当) 5622

関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階  
(06) 6373-(官公庁・大学担当) 6541・(会社担当) 6556

札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011) 700-6605

東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022) 221-6231

郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024) 939-3790

つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1  
(029) 851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515

北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷町ビル8階  
(048) 646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0082

横浜支店 220-0004 横浜市中区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階  
(045) 311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615

静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川2丁目1-1 伊伝静岡駅南ビル2階 (054) 285-0124

名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階  
(052) 565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7532

京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1  
(075) 823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1602

神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町9-3 栄光ビル9階 (078) 331-9665

岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 岡山ニューシティビル6階 (086) 221-2511

四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 高松NKビル9階 (087) 823-6623

広島支店 732-0057 広島市東区二葉の里3丁目5-7 GRANODE広島5階 (082) 236-9652

九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階  
(092) 283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

<https://www.an.shimadzu.co.jp/>