

充放電した LIB のその場 TOF-SIMS 元素マッピング法の開発

Development of *In Situ* TOF-SIMS Elemental Mapping of Charged and Discharged LIB

物材機構¹, 太陽誘電² ◯増田 秀樹¹, 石田 暢之¹, 小形 曜一郎², 藤田 大介¹

NIMS¹, Taiyo Yuden Co., Ltd.² ◯Hideki Masuda¹, Nobuyuki Ishida¹, Yoichiro Ogata², Daisuke Fujita¹

E-mail: MASUDA.Hideki@nims.go.jp

大容量のリチウムイオンバッテリー (LIB) の実用化に際し、より安全な固体電解質を用いた全固体型 LIB の開発が急がれている。LIB の固体電解質中でのリチウムの伝導機構を明らかにするためには、充放電に伴う電極-電解質界面および電解質中のリチウムイオン濃度分布を測定する必要がある。しかし、電池の充放電特性とリチウムイオン濃度分布変化を同時に取得する手法は限られる。本研究では、高い空間分解能 (100 nm 程度) で試料表面の元素マッピングが可能な飛行時間型 2 次イオン質量分析計 (TOF-SIMS) を用いて、その測定室内に LIB を充放電するための通電機構を導入し、真空中充放電前後の表面元素分布をその場分析する方法を開発した。

図 1 に、TOF-SIMS (PHI TRIFT V) の測定室内に取り付けた試料通電装置の模式図を示す。測定室は 10^{-7} Pa の超高真空であり、5 mm×0.5 mm の測定試料が金属電極に固定されている。図 1 の右上には、測定した固体電解質表面の元素マッピングを示す。両電極は室外のポテンショスタット (VersaSTAT3) に接続されており、最大 10 V / 10 mA までの通電測定と、10 μ s までの時間分解能での記録が可能である。図 1 右下には、測定した充放電特性を示す。通電試験後、試料とポテンショスタットとの導通を遮断し、表面を TOF-SIMS により分析した。

当日の講演では、充放電前後の元素マッピングと LIB 内電位分布との対応について議論する。

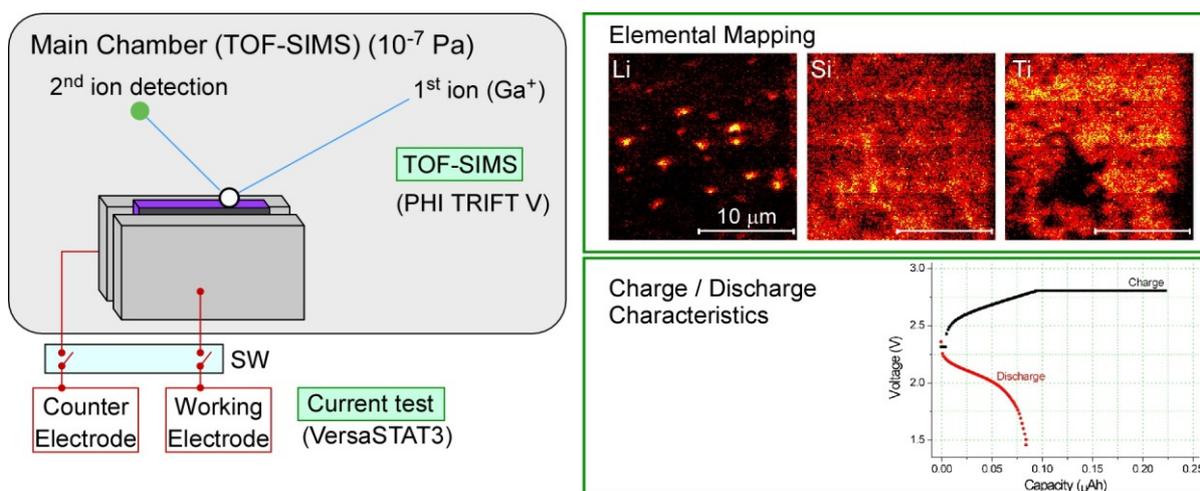


図 1 超高真空中通電試験のその場 TOF-SIMS 元素マッピング装置の模式図。右側は解体した LIB で測定した固体電解質表面の元素マッピングと、充放電特性 (充電 : C. C. (< 2.8 V / 5.0 μA) - C. V. (2.8 V / > 1.0 μA)、放電 : C. C. (> 1.5 V / 5.0 μA))。