

反射電子エネルギー損失分光法を用いたリチウム化合物の評価

Study of Li compounds using Reflection EELS

○田口 昇¹、橋田 晃宜¹、栄部 比夏里¹、秋田 知樹¹ (1. 産総研ユビキタス)

°Noboru Taguchi¹, Mitunori Kitta¹, Hikari Sakaebe¹, Tomoki Akita¹ (1. AIST)

E-mail: n-taguchi@aist.go.jp

[背景]

リチウムイオン電池の電荷キャリアであるリチウム元素の分布は、電池の反応過程や、劣化挙動を理解する上で重要である。透過電子顕微鏡による電子エネルギー損失分光法(S/TEM-EELS法)は、空間分解能に優れており、かつ、リチウム元素の状態分析が可能である [1, 2]。しかし、S/TEM-EELS法は、測定試料の大きさに制約があり、粒子サイズの制御、もしくは、集束イオンビーム(FIB)などによる試料の薄片化が必要である。試料の薄片化過程では、予期せぬ照射損傷が導入される恐れがある。また、観察試料の準備、前処理に多くの時間を必要とし、測定の効率を損なう主因となっている。さらに、多くのリチウムイオン電池試料は、非水系であり雰囲気制御下で取り扱う必要がある。グローブボックス中での作業など、作業性を限定された状況で簡便に分析装置への試料導入を行なうことができる試料形態が、強く望まれる。そこで、より簡便にリチウム元素の局所評価や分布を可視化する方法として、広く普及している走査電子顕微鏡装置を用いたリチウム元素分析を行うための手法を検討した。

本研究では、反射電子を用いて電子のエネルギーを分光し、反射 EELS(REELS)を取得することで、分析可能な試料系を拡大することができ、簡便な分析が可能になると考えた。

[実験]

実験には円筒鏡型分光器を搭載した走査型オージェ分光装置を用いた。各種リチウム化合物のリチウム元素分析を行った。加速電圧 300 V にてスペクトルを取得した。電子線の弾性散乱ピークの半値幅は 2.5-3 V 程度であった。

[結果]

各種リチウム化合物を試料ホルダーに取り付け、分析装置によりリチウムの K 吸収端エネルギー付近のスペクトルを取得した。

図に、REELS により得られた、LiF の Li K 端スペクトルを例として示す。スペクトルを取得後、弾性散乱ピークによりピーク位置を補正した。各種リチウム化合物で、ピーク位置、ピーク形状が異なり、リチウム化合物の同定が可能であった。

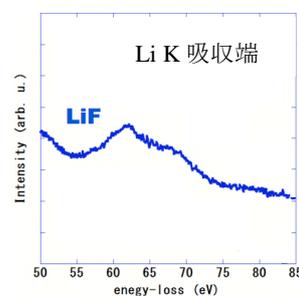


図: LiF の反射 EELS スペクトル

[参照]

[1] J. Kikkawa *et al.*, *Electrochem. Solid-State Lett.* 11, A183 (2008).

[2] N. Taguchi *et al.*, *J. Electrochem. Soc.* **160** (11), A2293 (2013).