

オージェ電子分光装置を用いた Li イオン電池負極の REELS 測定

REELS measurement of negative electrode of Li-ion battery using Auger electron spectroscopy

日本電子(株)¹, 産総研電池技術²

○伊木田木の実¹, 田口昇², 田中章泰¹, 片岡理樹², 前田泰², 田中真悟², 島政英¹, 堤建一¹

JEOL Ltd.¹, AIST²

○Konomi Ikita¹, Noboru Taguchi², Akihiro Tanaka¹, Riki Kataoka², Yasushi Maeda², Shingo

Tanaka², Masahide Shima¹, Tsutsumi Kenichi¹

E-mail: koyoshid@jeol.co.jp

[背景]

SEM ベースの Li 分析手法として、後方散乱電子(BSE)を用いた電子エネルギー損失分光(REELS)測定を行っており、これまで化合物における Li を Li K-edge シグナルとして評価できることを報告してきた。REELS 測定においては、高いエネルギー分解能を有する静電半球形検出器(HSA)が化学状態評価においても有利であり、HSA を有する走査型オージェ電子顕微鏡を用いた Li 測定技術の開発と材料測定への応用に取り組んでいる。本研究では、電池電極への応用を進めるため、実際の Li イオン電池の電極断面への REELS 測定を検討した。走査型オージェ電子分光装置を用いることで、AES, REELS 双方の測定を同一の測定視野で行い、Li を含む各元素の分析を行った。

[実験]

本研究では、Li イオン電池の負極として用いられる Si 電極の測定を実施した。Si 電極は電気化学的に Li を全容量挿入した試料、容量 1/3 程度の Li 挿入を行った試料の二種類を比較のため用意した。電極試料は Ar 雰囲気中で電池の解体後、剃刀の刃により電極を切断したものを用いた。断面試料台に取り付けた断面電極を、トランスファーベッセルを用いて装置へ搬送した。FE 電子銃および HSA を搭載した走査型オージェ電子分光装置(JAMP-9510F: 日本電子)により、AES スペクトルおよび Li K 吸収端エネルギー領域について REELS スペクトルの取得および面分析を行った。REELS については加速電圧 2 kV にて測定を行った。この際、切断時に付着したと思われる有機物等の汚れは、Ar スパッタによる表面クリーニングで除去した。

[結果]

実験ではスペクトラムイメージングのスキームにて、電極断面の各点からの Li K-edge シグナルを取得した。Si 活物質部分より Li K-edge シグナルを確認することができた(図)。いずれの挿入量の Li においてもスペクトルイメージの解析から、電極断面での Li の面分布を可視化することが可能であった。

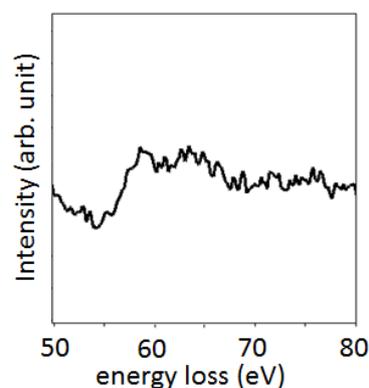


図: Li 1/3 程度挿入電極の Si 位置から得られた Li K 端スペクトル例