

リチウム化合物を混合させた電解液の大気圧 MeV-SIMS 測定 (2)

MeV-SIMS Measurement of Electrolyte Dissolved Lithium Compound at Atmospheric Pressure (2)

京大院工¹, ○(M2) 野々村知也¹, 瀬木利夫¹, 松尾二郎¹

Graduate School of Engineering, Kyoto Univ.¹

○Tomoya Nonomura¹, Toshio Seki¹, Jiro Matsuo¹

E-mail: nonomura.tomoya.83e@st.kyoto-u.ac.jp

リチウムイオン電池(LIB)の充放電中の電極と電解液の界面についての理解は、寿命の長い LIB を開発するための前提条件である[1]。しかし、その界面での反応は未だによくわかっておらず、分析手法の確立が期待されている。一般的な SIMS(二次イオン質量分析法)は一次プローブに keV 領域のエネルギーをもつイオンを使用する分析手法として広く知られている。しかし、高真空中で測定を行う必要があり、揮発性の高い電解液を含む LIB の測定には適さない。我々の研究グループでは一次プローブに MeV 領域のエネルギーをもつ重粒子を用いた MeV-SIMS の研究開発を行ってきた[2]。高エネルギー重粒子は飛程が大きく、大気圧下での試料の分析が可能であるため、LIB の電解液の測定に有用であると考えられる。本研究では、電解液に用いる有機液体材料にリチウム化合物を濃度を変え、混合し、測定を行い、検量線を作成した。

一次イオンにはタンデム型加速器により 6 MeV に加速された Cu^{4+} を用いた。本実験では電解液に用いるプロピレンカーボネート(以下 PC)に内部標準物質として NaTFA を濃度 10 mM で加え、LiTFA を 1 mM から 1000 mM の濃度で混合し、それぞれシリコン基板上に滴下し、He 大気圧下で SIMS 測定を行い、検量線を作成した。LiTFA の濃度が 10 mM のときの測定結果を図 1 に示す。Na, Li 由来の物質として三量体の PC に Na^+ や Li^+ が付加した物質が検出されていることがわかる。この強度比をもとに検量線を作成した(図 2)。図 2 より MeV-SIMS によって PC に NaTFA を 10 mM 混合した場合、LiTFA を 5 mM から 1000 mM 程度混合させた物質の定量分析が可能であることがわかる。この結果は前回の講演会にて報告した NaTFA が 100 mM の時の検出下限(30 mM)に比べて低い濃度でも定量できていることを示している。これは、NaTFA の濃度を低くしたことで、濃度 5 mM から 30 mM の範囲においてマトリクス効果による影響が軽減されたことに起因していると考えられる。

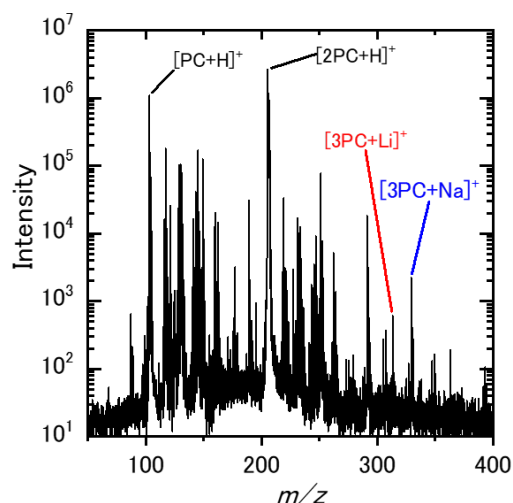


Fig.1 SIMS spectra of PC which LiTFA (10 mM) and NaTFA (10 mM) was dissolved

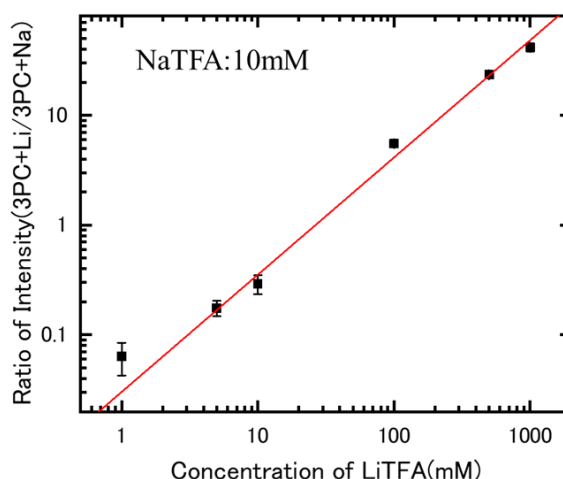


Fig.2 Calibration curve of PC which LiTFA and NaTFA (10 mM) was dissolved

参考文献

- [1] IT.Lucas *et.al.*, Elec, Comm11(2009)2157-2160
- [2] T.Seki *et.al.*, Nucl.Inst.Meth.B371(2016)189-193