

ナノ電気化学セル顕微鏡を用いた固体電解質のイオン伝導応答の可視化

Visualization of Current Response Related to Lithium-ion Transport on Solid State

Electrolyte by Scanning Electrochemical Cell Microscopy

東北大 AIMR¹, 東北大², 東北大学際研³, JST さきがけ⁴, 金沢大 NanoLSI⁵

○熊谷 明哉¹, 立野 佑太², 井田 大貴^{3,1,4}, 高橋 康史^{5,4}, 珠玖 仁²

Tohoku Univ. WPI-AIMR¹, Tohoku Univ.², Tohoku Univ. FRIS³, JST-PRESTO⁴,

Kanazawa Univ. WPI-NanoLSI⁵

○A. Kumatani¹, Y. Tateno², H. Ida^{3,1,4}, Y. Takahashi^{5,4}, H. Shiku²

E-mail: akichika.kumatani.e6@tohoku.ac.jp

【緒言】全固体リチウムイオン電池は、通常の有機溶媒などの液系電解質の代替に、難燃性の固体電解質を用いる。そのため安全性が高く、車載用次世代電池として研究・開発が盛んに行われている。一方で、固体電解質を用いることで電極・電解質の界面抵抗や固体電解質内のリチウムイオン伝導経路、化学ポテンシャル分布など固体物性メカニズムは不明瞭な点が多い。本研究では、固体電解質内の粒界や結晶方位の影響をナノメートルスケールで検証した。検証には、電解液と参照極が充填されたナノピペットを探針とし、電気化学反応を電流応答として可視化するナノ電気化学セル顕微鏡 (SECCM) を用いた。測定試料である固体電解質の背面にリチウム金属を塗布し、SECCM の探針を試料表面で走査可能な電子ブロッキング電極プローブとし、固体電解質のイオン伝導応答の可視化を試みたのでこれを報告する。

【実験・結果】測定試料には、ペレット状の $\text{Li}_5\text{La}_3\text{Ta}_2\text{O}_{12}$ (豊島製作所より購入) を用い、背面にリチウム金属またはリチウム金属・グラファイト混合電極を塗布した。SECCM の探針には、ゲル化した電解液 (1M LiPF_6 in EC : DEC = 1 : 1 vol. %) と Li 参照極を充填した開口径 : 70 nm のナノピペットを用い、試料表面にてアプローチし微小液滴を形成させた (Fig. 1. a)。印加電圧 : 1 V (vs Li/Li^+) にて試料表面を走査することで、電子ブロッキング電極として機能させ、リチウムイオンに起因する電流応答を可視化した (Fig. 1 b)。これらの試料作製から計測は、グローブボックス内にて行った。また、現在は、試料表面を EBSD にて計測し、 $\text{Li}_5\text{La}_3\text{Ta}_2\text{O}_{12}$ における結晶方位や粒界と SECCM のマッピング結果の相関性の比較を開始しており、当日これを報告する。

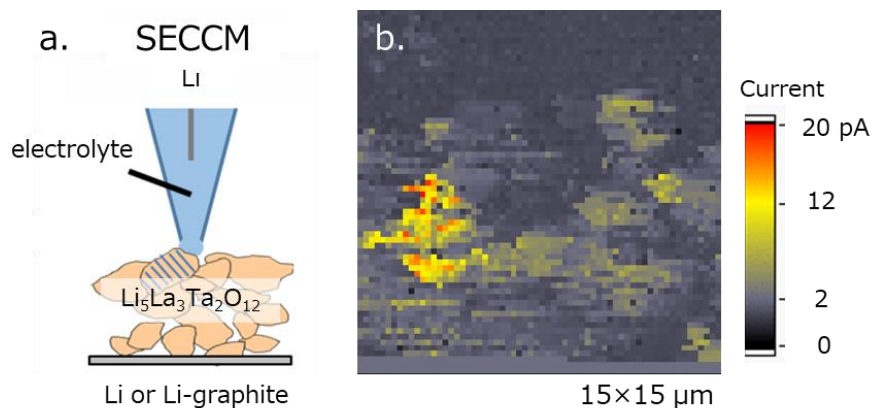


Fig. 1 (a) a schematic diagram of SECCM measurement on $\text{Li}_5\text{La}_3\text{Ta}_2\text{O}_{12}$ pellet on Li or Li-graphite electrode and obtained (b) SECCM image ($V_{\text{applied}} = 1 \text{ V vs Li/Li}^+$).