



固体電解質の化学状態解析（3）

宮田 康史¹, 内藤 正美²

1 名古屋市工業研究所, 2 シーズテクノ株式会社

キーワード：全固体リチウムイオン電池, X線吸収測定

1. 背景と研究目的

携帯機器用電源として広く普及しているリチウムイオン電池(LIB)は、最近では電気自動車や産業用途など幅広く応用が検討されている。LIBでは電解質に可燃性のある非プロトン性有機溶媒にリチウム塩を溶解した電解質溶液が使われているため、危険性がある。本研究では、液体電解質を固体化し、コンパクトかつ安全性や耐熱性を向上させた全固体LIBの開発を目的としている。電解質としてアモルファス状態でもイオン伝導性を示し、薄膜作製が容易なスパッタ法を用いることができる、リン酸リチウムオキシナイトライド(LiPON)の電池用電解質の開発を進めている。

開発では固体電解質の組成分析や化学結合状態といった膜質を評価する目的でX線光電子分光法(XPS)を用いている。この場合に問題となるのが、測定試料が絶縁体であることに起因する帯電現象である。XPSでは試料から放出される光電子エネルギーを分析するため試料の帯電により計測値が変化してしまう。そこで、この帯電現象の測定に与える影響を金薄膜との比較を通じて検討を行った。

2. 実験内容

基板にはあらかじめ金薄膜をスパッタ成膜したSUS基板を用いた。この基板の上にリン酸リチウム(Li₃PO₄)をターゲットとして用い、アルゴンガスを導入して数μmのスパッタ膜を形成した。さらにリン酸リチウム表面の一部に金(Au)を20nm程度蒸着した。SUS製のねじにも金蒸着を施し、サンプルホルダーに取付けた。(図1)

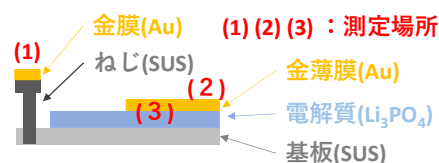
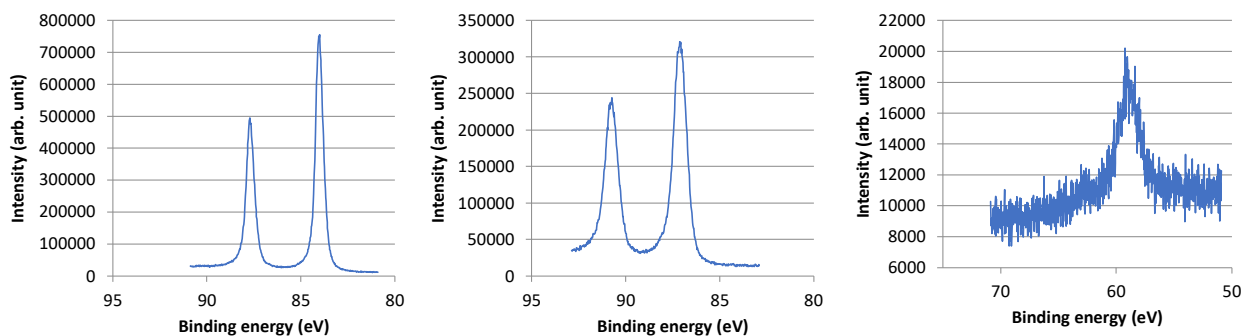


図1 検討に用いた試料

XPS測定は図1に示す3ヶ所で行った。(1)ねじ上のAu膜のAu-4f、(2)Li₃PO₄膜上にスパッタ成膜したAu膜のAu-4f、(3)Au膜の下のLi₃PO₄膜のLi-1sである。

3. 結果および考察

図2にXPS測定結果を示す。ねじの上に作製した金薄膜の測定結果(1)は標準試料と同じ84.04eVであった。Li₃PO₄膜上のAu膜の測定結果(2)は87.12eVであり、(1)に比べ3.08eVのピークシフト値となった。Au膜の下のスパッタ成膜したLi₃PO₄膜のLi測定結果(3)は、58.48eVとなり、既報の55.3~55.7eVに比べ、2.78~3.18eVのピークシフト値となった。(2)と(3)のピークシフト値は、ほぼ同じ値であることがわかった。今後も、帯電が及ぼすXPS測定への影響の検討を進めたい。



(1) ねじ上 Au 膜の Au-4f

(2) Li₃PO₄ 膜上 Au 膜の Au-4f

(3) Au 膜下の Li₃PO₄ 膜の Li-1s

図2 Li₃PO₄膜およびAu膜積層体におけるXPS測定結果