

電子線ホログラフィーを用いた固体電解質内位相分布の観察とその3次元計測

○相澤由花¹, 佐藤岳志¹, 吉田 竜視¹, 山本 和生¹, 村田英一², 平山 司¹

1 一財ファインセラミックスセンター (JFCC)

2 名城大学 (Meijo University)

本文

我々は、*In-situ* 電子線ホログラフィーを用いて充放電中における全固体 Li イオン電池内部の電位変化を計測してきた。電子線ホログラフィーは、物体波と参照波を干渉させ、三次元情報を投影して位相分布を観察する手法であるが、TEM 内で試料に電圧を印加する場合、その電場は試料周辺に三次元的に広がる。したがって、試料内部の電位分布を正確に計測するためには、三次元的に広がった電場を考慮した解釈が必要である。今回我々は、固体電解質に集電体を成膜したシンプルな系の試料を作製した。この試料の両端に電圧を印加し、電子線ホログラフィー観察を行い、その観察結果を三次元計算機シミュレーションと比較することにより、固体電解質内部の電位分布を正確に計測した。

全固体 Li イオン電池の電解質として知られる LiPON を用いて Cu/LiPON/Cu 試料を作製した。FIB およびイオンミリングでその一部を薄片化したのち、一方の Cu 電極を接地し、もう一方の Cu 電極に正および負の電圧を印加した際の電位変化をその場観察した。シミュレーションには三次元境界電荷法を用いた。上記実試料の形状をモデル化、電場を再現し、周囲に広がる三次元の電位計算を行った後、二次元投影して位相分布を計算した。

実験とシミュレーションの位相分布を比較した結果、Cu 電極および LiPON 内部の電位はそれぞれ一定値で平坦な分布であり、Cu/LiPON 界面には電気二重層と考えられる急峻な電位ドロップが形成されることがわかり、その幅は 40nm 以下であると予測された。また、LiPON 内部の電位は、Cu - Cu 電極間の電位差の 1/2 より若干小さい値をとることがわかった。これは、電圧印加により固体電解質内で Li イオンが移動した事を意味し、正極側界面と負極側界面では、Li イオンの濃度に差があることを示唆している。

本研究は NEDO の RISING プロジェクトの一環として行われたものである。

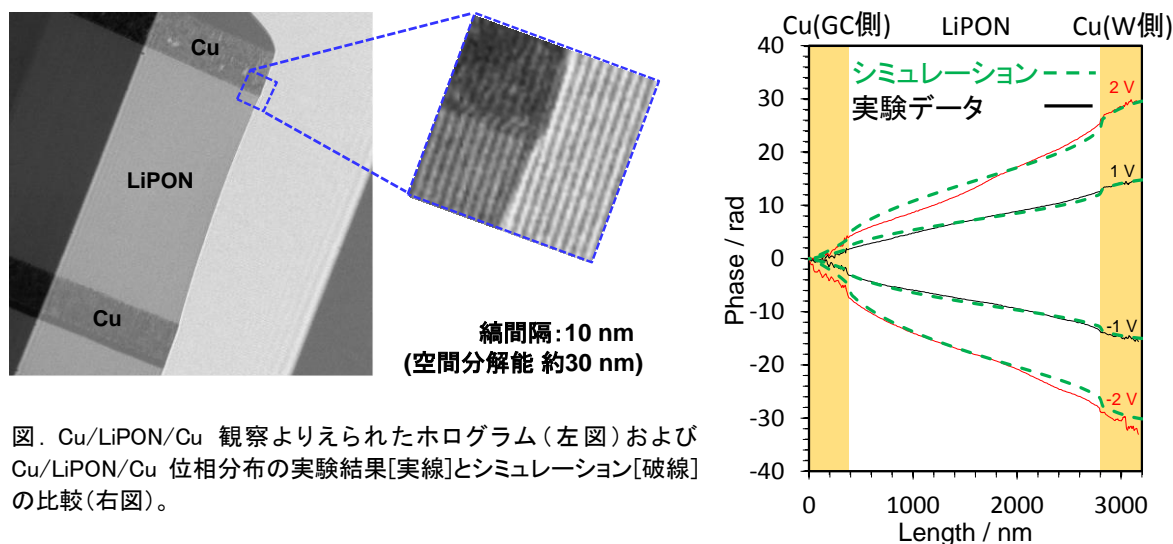


図. Cu/LiPON/Cu 観察よりえられたホログラム(左図)および Cu/LiPON/Cu 位相分布の実験結果[実線]とシミュレーション[破線]の比較(右図)。