

※課題番号 : F-12-NM-0074  
 ※支援課題名 (日本語) : 電極活物質評価のためのマイクロセル作製  
 ※Program Title (in English) : Micro-cell fabrication for the evaluation of electrode active materials  
 ※利用者名 (日本語) : 岡井 誠  
 ※Username (in English) : Makoto Okai  
 ※所属名 (日本語) : 株式会社日立製作所  
 ※Affiliation (in English) : Hitachi, Ltd.

※概要 (Summary) :

リチウムイオン電池の負極活物質の充放電特性を、簡便に評価する目的で、マイクロセル評価技術を提案した。本手法により、極微量の電極活物質を用いて、バインダーや導電助剤なしの本質的な充放電特性を簡便に評価できると期待できる。本アイデアを実現するために、シリコン微細加工技術を応用して4電極構成のマイクロセル基板を作製した。そして、リチウム塩電解液を用いた金属リチウムの析出(充電)および溶出(放電)の予備検討を行い、マイクロセルの基本動作を確認した。

※実験 (Experimental) :

【利用した主な装置】

レーザー露光装置  
 全自動スパッタ装置(Ti および Au)  
 プラズマ CVD 装置(SiO<sub>2</sub>)

【実験方法】

単極マイクロセル基板の作製法、およびそれを用いた電極活物質の測定法の概要を、図1を用いて説明する。単極マイクロセル基板は、以下の方法で作製した。まず、図(a)に示すように、表面に SiO<sub>2</sub> 熱酸化膜を形成した Si 基板上に、4つの孤立した電極を形成した。次に、図(b)に示すように、SiO<sub>2</sub> 膜により電極窓を形成した。単極マイクロセル基板の大きさは 20mm×20mm であり、#1~#4 の4つの電極を形成した。各電極は外側に大きなパッドがあり、中央に向かって、幅 200μm のラインが接続した構造になっている。各電極は SiO<sub>2</sub> 膜で覆われており、大きなパッドには、パッドパターンより少し小さいパッド窓が開いている。パッド窓パターンの寸法は 3mm×4mm である。また、各電極の 200μm 幅のラインの基板中央付近には、100μm 角のマイクロ窓を設けている。

測定に際しては、図(c)に示すように、各電極の内側の電極窓が、シリコンゴムプールの中に入るようにプールを作製し、外側の電極窓を測定装置の端子に接続した。測定する電極活物質は、あらかじめ動作電極の内側の電極

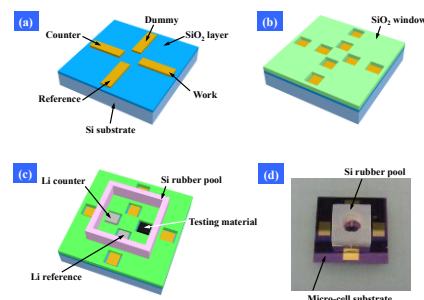


図1 単極マイクロセル基板の作製法、およびそれを用いた電極物質の測定法  
 □(a)電極形成、(b)電極窓形成、(c)電極活物質の評価法、□(d)作製した単極マイクロセル□

窓に設置した。プール内には、一定量の Li 塩電解液を加え、上から透明のサファイア基板で蓋をした。参照電極と対向電極の内側窓には、ダミー電極を対極として、Li 塩電解液から金属 Li を析出させた。以上の方法により作製した、Li 参照電極と Li 対向電極を用いて、動作電極上の電極活物質の充放電特性の測定が可能である。

※結果と考察 (Results and Discussion) :

今回、本アイデアを実現するために、シリコン微細加工技術を応用して4電極構成のマイクロセル基板を作製した。そして、Li 塩電解液を用いたリチウム金属の析出(充電)および溶出(放電)の予備検討を行い、マイクロセルの基本動作を確認した。電解液から金属 Li を析出させることにより、Li 参照電極および Li 対向電極を作製可能であり、またそれぞれの電極が正常に動作することを確認した。Li 対向電極を作製する際、対向電極として使用するダミー電極で電解液溶媒の酸化反応が進行し、ダミー電極表面が有機酸化物皮膜で覆われるために、十分な量の金属 Li を Li 対向電極に析出できない。この問題は、ダミー電極のマイクロ窓の面積を大きくすることにより、解決できると考えられる。Li 対向電極に、金属 Li 電極を析出させる際、析出量が多くなるにつれて、金属 Li が異常成長する。この問題は、対向電極のマイクロ窓の面積を大きくすることにより、解決できると考えられる。

※その他・特記事項 (Others) :

今後は、今回得た知見を用いて、電極活物質の電気化学測定を行う予定である。