

課題番号 : F-20-YA-0010
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 赤外光を用いた Cu 薄膜上での電解質分解挙動の解明
 Program Title (English) : Revealing the reduction mechanism of electrolyte on ultra-thin Cu with FT-IR
 利用者名(日本語) : 山田耕輝
 Username (English) : Koki Yamada
 所属名(日本語) : 山口大学大学院創成科学研究科
 Affiliation (English) : Graduate School of Sciences and Technology for Innovation at Yamaguchi University
 キーワード/Keyword : 成膜・膜体積、分析、オペラント

1. 概要(Summary)

近年、リチウムイオン電池はそのエネルギー密度の高さから、広範に使用されている。リチウムイオン電池の性能向上にむけて電極-電解質界面での反応の理解は必要不可欠である。上記界面での反応の中でも SEI と呼ばれる不動態膜の形成メカニズムについては未だ明らかになっていない。そこで本研究では、薄膜を成膜したプリズムを用いた全反射赤外分光法 (ATR-IR) により界面反応のその場観察を試みた。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

3 元 RF マグネトロンスパッタ装置、触針式表面形状測定装置

【実験方法】

3 元 RF マグネトロンスパッタ装置を用い、数十 nm の Cu 薄膜を IR プリズムへと成膜した。これを用い、電気化学測定を行いながら全反射赤外分光測定を行った。電解質材料には PEO₁₀LiTFSA を用いた。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

得られた結果を Fig. 1 に示す。LSV にて、Li の析出反応に由来する還元電流に加え、3 つの還元電流 (2.0 V_{Li}, 1.5 V_{Li}, 0.5 V_{Li}) を確認した。オペラント IR 測定の結果から、約 1.5 V_{Li} 以下で、1100 cm⁻¹ 及び 1600 cm⁻¹ 付近に、カルボニル基や Li アルコキシドなどに由来するピークを確認し、電解質の還元分解が示唆された。さらに、約 0.4 V_{Li} 以下で、1600 cm⁻¹ 付近のピークの消失及び、1500 cm⁻¹ 付近のカーボネートや CH₂ に由来するピークの出現を確認した。これより、1.5 V_{Li} で観察されたカルボニル基を含む分解物は 0.4 V_{Li} 以下でさらに還元され、アルコールとなることが示唆された。以上より、PEO 電解質を用いた系での各電位における電極表面分解生成物の直接観察に

成功した。今後は他の電解質についても同様の技術を適用することで界面反応の解明を試みる。

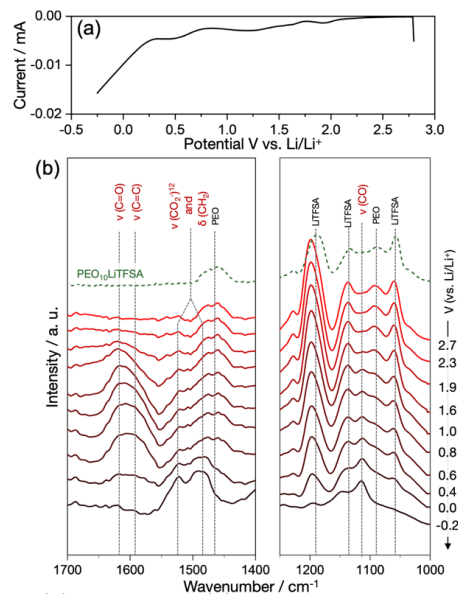


Fig. 1 (a) LSV and (b) *operando* IR spectra of Cu electrode in PEO₁₀LiTFSA obtained simultaneously. ATR-IR spectrum of PEO₁₀LiTFSA is also shown in broken line.

4. その他・特記事項(Others)

なし

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- 1) 2020 日本化学会中国四国支部大会, PO07 山田 耕輝、崔亮秀、片山 祐、堤 宏守、口頭、11 月 28-29 日
- 2) PRiME2020, L05-3183, K. Yamada, R. Sai, T. Hitaka, Y. Katayama, and H. Tsutsumi
- 3) MRS2020, F.EN09, K. Yamada, R. Sai, T. Hitaka, Y. Katayama, and H. Tsutsumi

6. 関連特許(Patent)

なし