

課題番号 : F-21-WS-0152  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : 表面増強ラマン散乱を用いた LIB における不働態膜形成の解析  
Program Title (English) : Analysis of passivation layer formation in LIB using SERS  
利用者名(日本語) : 東海林輝  
Username (English) : H. Shoji  
所属名(日本語) : 早稲田大学大学院先進理工学研究科ナノ理工学専攻  
Affiliation (English) : Department of Nanoscience and Nanoengineering, Graduate School of Advanced Science and Engineering, Waseda University  
キーワード/Keyword : 分析, ラマン分光, 表面増強ラマン散乱, リチウムイオン電池

## 1. 概要(Summary)

表面増強ラマン散乱(Surface-enhanced Raman scattering, SERS)は、貴金属ナノ構造体の近傍でラマン散乱光が著しく増強される現象であり、この現象を利用した計測手法は、高表面感度などの特長を有し、また非破壊な手法であることから、電極反応をはじめとする固液などの界面におけるプロセス解析への応用が期待されている。そこで本検討では、電極表面上での反応を、SERSを用いて解析する手法の開発を試みた。ケーススタディとして、リチウムイオン電池(Lithium ion batteries, LIB)負極表面上に形成される、電池特性に大きな影響を及ぼすとされる厚さナノメートルレベルの不働態膜(Solid electrolyte interphase, SEI)形成に着目し、開発した計測手法による解析を試みた。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

顕微ラマン分光装置

インラインモニター用 超高分解能電界放出型 走査電子顕微鏡 (SU8240)

### 【実験方法】

SERS測定を行うため、ラマン散乱光を増強させる電場増強素子の開発に取り組んだ。プラズモン共鳴を起こすため、基板上に無電解析出法により銀ナノ粒子を形成した。また、SERS測定を行うための、電気化学分光セルの開発に取り組んだ。作用極としては、異なる金属種を2つ選択し、それらの電極上でのSEI形成を解析し、その結果を比較した。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

FE-SEMによる観察の結果、基板上に粒径数十ナノメ

ートルの銀ナノ粒子が形成していることが確認され、電場増強能を有することが示された。また、開発した電気化学分光セルに対し電気化学試験を行ったところ、ボルタモグラムから電解液分解由来と考えられるピークが観測され、開発したセルを用いてSEI形成のSERS測定が可能であることが示された。SEI形成のin situ SERS測定の結果、取得したラマンスペクトルから種々の電解液分解物由来と考えられるピークが観測された。また、それぞれの電極表面上におけるSERS測定結果から、異なる金属電極上においては、SEI形成過程が異なることが示唆された。

## 4. その他・特記事項(Others)

・関連論文

[1] 國本雅宏, 東海林輝, 柳沢雅広, 本間敬之, 電気化学学会第88回大会, 2021年3月.

[2] M. Kunimoto, H. Shoji, K. Saito, M. Yanagisawa, T. Homma, 72nd Annual Meeting of the International Society of Electrochemistry (2021. 8)

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし.

## 6. 関連特許(Patent)

なし.