

## 【技術資料】-LIBの分析- 負極材の大気非暴露 ESCA 分析

### 概要

リチウムイオン電池(LIB)は、電解液の分解により負極材表面に SEI(Solid Electrolyte Interface)膜が形成されます。SEI 膜は負極にリチウムイオンを取り込む役割を果たし、さらに電解液の過剰分解を抑制して電池性能が維持されます。このため、SEI 膜を含む負極材の構造を把握することは重要です。

### X線光電子分光装置[ESCA または XPS]は、負極材(SEI 膜)の分析に適しています

- ・大気非暴露分析が可能

負極材(SEI 膜)は、大気中で不安定なリチウムを含むため大気非暴露下での分析が必須です。

- ・数 nm オーダーの化学状態や組成の分析が可能

SEI 膜は非常に薄い(~数十 nm)ことが多いため表面分析が必須です。

- ・水素とヘリウムを除く元素の定性定量が可能

さまざまな種類の負極材や SEI 膜に適用できます。

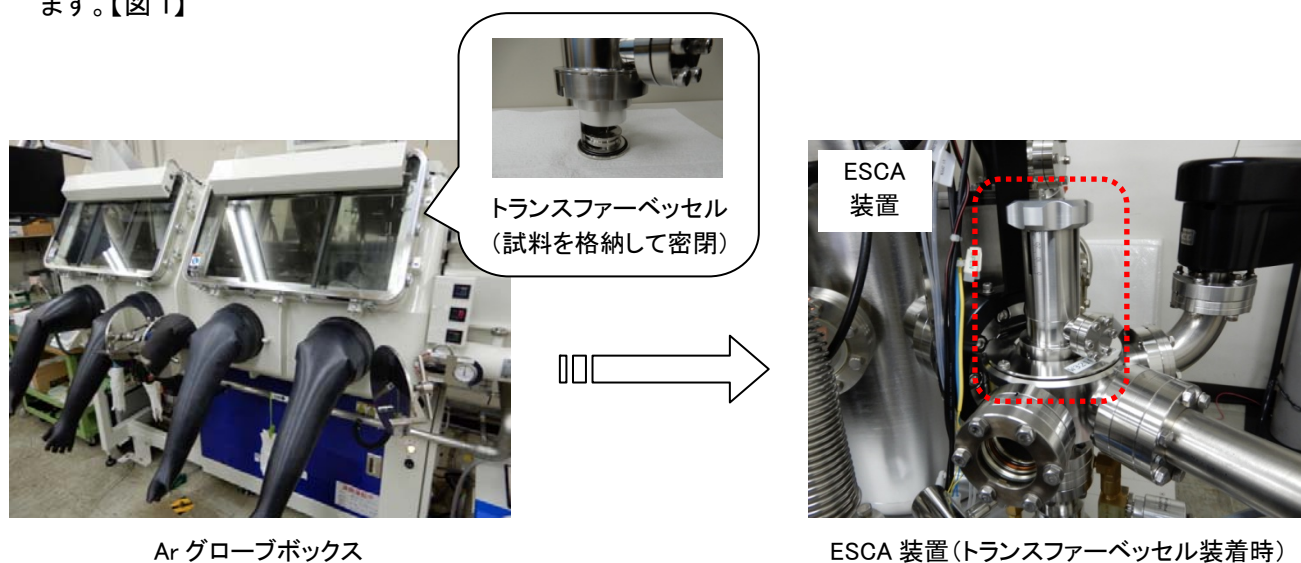
今回は市販 LIB の負極材について、大気非暴露で ESCA 分析を行った事例を紹介します。

### 分析事例の紹介

#### <負極材の大気非暴露 ESCA 分析>

##### ○大気非暴露サンプリング

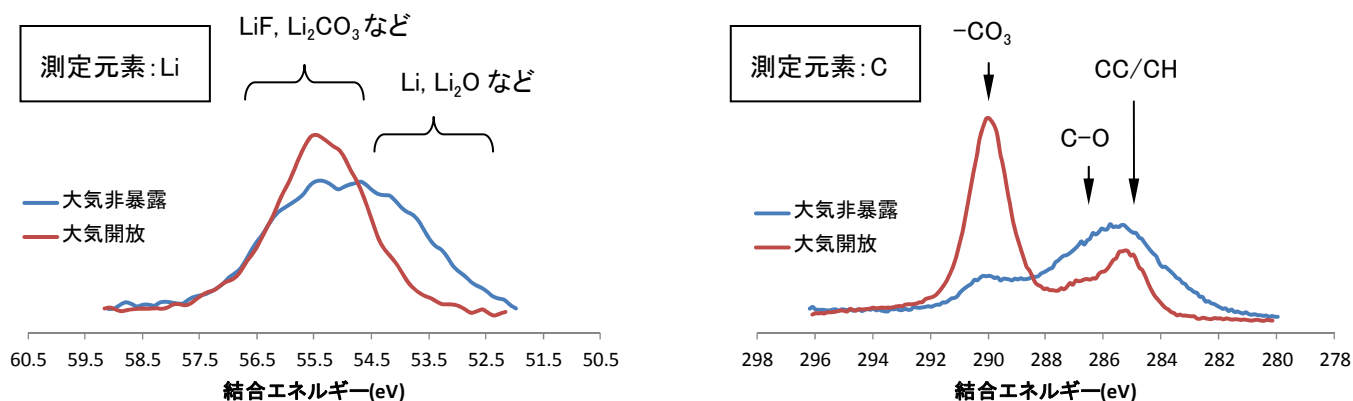
充放電後の市販 LIB を Ar グローブボックス内(酸素濃度<1ppm)で解体し、分析試料として負極材を取り出しました。トランスファーベッセルを用いることで、大気非暴露のまま試料を ESCA 装置へ導入できます。【図 1】



【図 1】 大気非暴露サンプリングおよびトランスファーベッセルを用いた装置導入

## ○ESCA 分析

大気非暴露下でサンプリングした負極材について、リチウムおよび炭素に着目した化学状態解析を行いました。大気開放下でサンプリングした分析結果と合わせて示します。【図 2】



【図 2】 負極材(市販 LIB)の Li1s および C1s 高分解能スペクトル

大気非暴露下では、SEI 膜に由来するリチウム成分(Li、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{CO}_3$ 、LiF などと推定)や負極材に由来する炭素成分(CC/CH)が検出されました。大気開放下では、リチウム成分の一部消失や大気成分との反応生成物( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )が確認され、正しい化学状態を評価できません。

このように、大気非暴露 ESCA 分析により SEI 膜や負極材本来の構造解析が可能です。負極材の種類や充放電回数が異なる材料を比較することで、電池性能との関係が明らかとなります。

適用分野: 電池・半導体材料、フラットパネルディスプレイ、その他無機製品、その他有機製品

キーワード: リチウムイオン電池、LIB、負極材、SEI、ESCA、X 線光電子分光装置、XPS