

# NIMS 蓄電池基盤プラットフォーム

# NIMS Battery Research Platform

## 概要

次世代蓄電池の研究開発の加速を目的にNIMS、産総研（関西）、早稲田大学に設置された蓄電池基盤プラットフォームの中核機関。

- ・「JST先端的低炭素化技術開発（ALCA）特別重点技術領域 次世代電池（次世代蓄電池研究加速プロジェクト（SPRING）」と連携し、次世代蓄電池の研究開発を優先的に支援。
- ・オールジャパンでの研究推進のため、大学・独法・民間企業・その他機関に対する支援もあわせて実施。
- ・小型蓄電池の試作から分析評価まで、アンダーワンルーフで設置、大気非暴露対応。

## 研究設備



## 利用事例

**直交配置型FIB-SEMによる高精度SEMトモグラフィ解析**

電子線とイオンビームを直交配置 → WDを小さくして、高分解能SEM像取得

Sample Pitch: 1nm (Min)

連続SEM像

3次元再構成レンダリング

3次元SEM像

直交配置型 FIB-SEM

**LiNi<sub>0.5</sub>Mn<sub>1.5</sub>O<sub>4</sub>結晶の充放電後の詳細結晶観察**

◆STEM-EDS分析によるNi, Mnの露出確認 遷移金属の露出（脱層）が1次粒子ごとに異なることが分かる。

ADF像 Mn

Ni O

粒子表面近傍

粒子内部

◆球面収差補正装置を有する超高分解能STEM観察による原子レベル構造観察 ⇒ ストビネル構造を維持していることを示唆

走査-透過型電子顕微鏡

**SEIに埋もれたSi負極のHAXPES解析**

SEI (固体-電解質界面) 層に埋もれたSi負極のAl KaおよびCr Ka励起XPSスペクトル。

Cr Ka励起スペクトルではArイオンエッチングをせすとも、55 eVおよび530 eVの深い領域の成分が観察された。

硬X線光電子分光装置

**Li空気電池負極の表面分析**

放電後および充電後負極の2次イオン像 (200μm□)

As prepared After GCIB sputtering

放電後 充電後

Red: <sup>200</sup>(CF<sub>3</sub>SO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>N Green: <sup>7</sup>Li Blue: <sup>60</sup>CO<sub>2</sub>

ガスクラスターイオンビーム (GCIB) を用いることで、有機物に対する深さ方向分析が可能になる。

表面に付着した電解液成分を、GCIBにより徐々にスパッタリングすることで、電解質/負極界面 (SEI) での成分分布評価が可能になる。

飛行時間型二次イオン質量分析

**Si単結晶基板に電気化学的にLiを挿入したSi-Li合金の断面SEMおよびSXESベクトル**

断面SEM像 (FE-SEM)

各層から得られた軟X線スペクトル

軟X線 (40~2000eV) は、そのエネルギーが軽元素の吸収端に相当することから、これを利用して、Liの検出が可能になる。また、フェルミ準位近傍で感度が高いことから、電子状態の解析が可能になる。

左図では、合金の組成（結晶構造）の差異に起因した電子状態の差異を検出している。

軟X線分光器付き 走査型電子顕微鏡

**Li箔のCP加工後断面SEM**

室温加工

Li箔 100μm

冷却加工 (-150°C)

Li箔 100μm

低温で加工することで、クラックや膜の膨潤を抑制し、材料本来の形態が保持されたまま、観察できることが分かる。

クロスセクションポリリッシャ

大気非暴露条件下で適切に作成された断面サンプルを用いることで、充放電前後のポテンシャル分布の変化を明瞭に観察できた。不均一な電気化学反応を可視化することに成功したと言える。

この結果より、複合材料中の固体電解質からLiイオンが抜けている可能性が示唆された。

環境制御型SPM

**元素マッピング (SEM-EDS)**

PS (集電体) ●

正極材 ●

電解質 ●

充電前

充電後

接触電位差 0.55 2.50