

ヘテロダイン法による走査型インピーダンス顕微鏡の 広周波数帯測定化と全固体電池解析への応用

Wide frequency range measurement of scanning impedance microscopy
using heterodyne method and its application to analysis of all-solid-state batteries

産総研 °山岸 裕史, 蒲生 浩忠, 前田 泰, 城間 純, 清林 哲, 竹市 信彦, 佐野 光

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, °Yuji Yamagishi, Hirotada Gamo,

Yasushi Maeda, Zyun Siroma, Tetsu Kiyobayashi, Nobuhiko Takeichi, Hikaru Sano

E-mail: y.yamagishi@aist.go.jp

走査型インピーダンス顕微鏡 (SIM) は、静電気力顕微鏡やケルビンプローブ力顕微鏡と同様に、静電気力検出に基づく AFM 技術であり、主に半導体材料の解析に用いられてきた。SIM の開発当初は、静電気力の検出に AM 方式が用いられていたが^[1]、その後、FM 方式の SIM が開発され、空間分解能が向上した^[2]。近年では、蓄電材料の評価にも応用されつつある^[3]。しかし、FM 方式の SIM には、電池材料の性能評価において重要な 10kHz ~ 1MHz の周波数帯での測定が困難という課題があり、この点が SIM の電池材料への適用を制限していた。本研究では、静電気力の検出にヘテロダイン法^[4]を導入した SIM を開発し、測定可能な周波数帯を大幅に拡張 (1 Hz ~ 300 kHz) するとともに、本手法を全固体電池に適用して、電極内部のインピーダンス分布を解析した。

開発した計測法を用いて、Fig.1(a)に示す構造の全固体セルの正極断面に対して SIM 測定を実施した。FIB で研磨した断面試料に 3 種類の異なる周波数の交流電圧を印加し、その状態で SIM 像 (交流電圧の振幅と位相の分布) を取得した結果を Fig.1(d)に示す。交流電圧の周波数が高い場合 (100 kHz) には、振幅・位相像ともに電極上で一様な信号が検出された。一方、周波数が 100 Hz、20 Hz と低くなるにつれて、活物質/固体電解質界面における信号変化が顕著になることが分かった。これは、活物質/固体電解質界面のインピーダンス成分の寄与が、低周波領域で相対的に増加することを可視化していると考えられる。

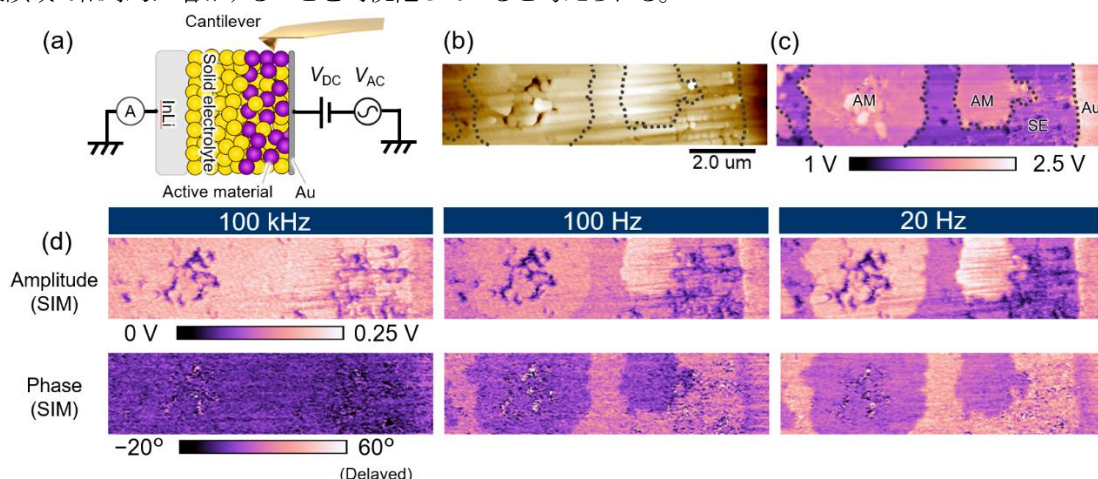


Fig. 1 (a) Schematic diagram of the SIM measurement. (b) Topography of the positive electrode cross-section. (c) Surface potential image obtained by KPFM. (d) Amplitude and phase images of SIM with 100 kHz, 100 Hz, and 20 Hz of the frequency of the AC voltage.

謝辞 本研究は NEDO 委託事業「次世代全固体蓄電池材料の評価・基盤技術開発 (SOLiD-Next, JPNP23005)」により実施された。

参考文献 [1] S.V. Kalinin et al., Appl. Phys. Lett. 78 (2001) 1306. [2] T. Kimura et al., J. Appl. Phys. 118 (2015). [3] N. Ishida, J. Phys. Chem. C 126 (2022) 17627. [4] Y. Sugawara et al, Appl. Phys. Lett. 100 (2012) 223104.