

コンプトン散乱 X 線による全固体電池の operando 計測

Operando measurement of all-solid-state battery using Compton scattered X-rays

群馬大学¹, 出光興産株式会社², JASRI³ ○(M2)高野 皓大¹, 鈴木 宏輔¹, 星 和志¹,

宇都野 太², 辻 成希³, 櫻井 浩¹,

Gunma Univ.¹, Idemitsu Kosan Co.Ltd², JASRI³, °Kodai Takano¹, Kosuke Suzuki¹,

Kazushi Hoshi¹, Futoshi Utsuno², Naruki Tsuji³, Hiroshi Sakurai¹

E-mail: t211d045@gunma-u.ac.jp

1. 研究背景

全固体電池は電気自動車への搭載をはじめ、安全性の高い電池として性能の向上やコンパクト化、レアメタルフリー、コスト削減などの実現を目的とし開発が行われている。実用化に向け、実働環境下 (operando) で電池内部の反応、および電池性能との関係を把握することが不可欠である。本研究では、高い物質透過能を有する 100keV 以上の高エネルギー放射光 X 線によるコンプトン散乱法を用いた非破壊測定に着目した[1]。コンプトン散乱 X 線のエネルギースペクトルは電子運動量分布を反映しており、元素ごとに形状が異なる。形状の違いを数値化する S-parameter 解析で Li を定量することが可能[1]である。また、コンプトン散乱法による operando 計測は前例がないため、高エネルギー放射光 X 線を利用するコンプトン散乱と S-parameter 解析を用いて、電極反応を operando で観察することを目的とした。

2. 実験及び結果

試料は、正極層に Ni 系酸化物、固体電解質層 (SE 層) に硫化物系 Li イオン電導体、負極層にグラファイトを使用している直径 20mm、高さ 3.5mm のコイン型全固体実電池を用いた。測定は SPring-8-BL08W で行った。入射 X 線エネルギーは 115.56keV、Ge 半導体検出器でコンプトン散乱 X 線エネルギー

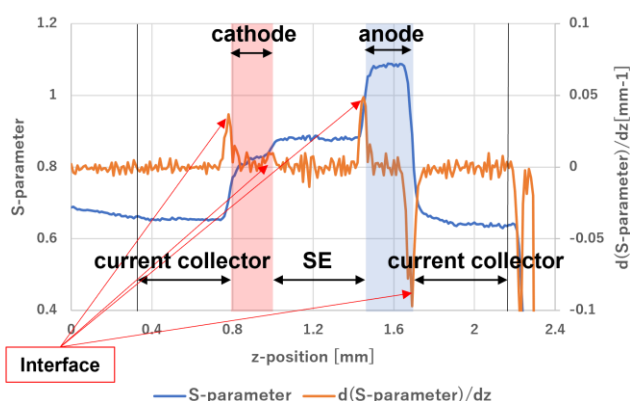


Fig.1 S-parameter of the battery in the initial state and its differential value

ギースペクトルを測定した。500 μ A の定電流で

充電と放電を行いながら X 線照射位置を変えて、正極層から負極層までのコンプトン散乱 X 線エネルギースペクトルを測定した。得られたコンプトン散乱 X 線エネルギースペクトルを解析し、S-parameter を求めた。Fig.1 に充電前の電池の高さ方向 (z 軸方向) に対する S-parameter を示す。S-parameter 値の違いから非破壊で電池の構造を把握できる。充電前後の構造の変化を調べるため S-parameter を z 軸方向に微分し、そのピーク位置から電極界面を求めた。界面位置から電極の厚さを求めると、充電によって負極層が膨張することがわかった。当日は S-parameter 解析法による充放電時の電極内の Li イオンの挙動も説明する予定である。

[1] 鈴木宏輔、櫻井浩：高エネルギー X 線コンプトン散乱法による実用デバイス内部における量子状態の反応化 3 次元分析、表面と真空, 2018, Vol61, No12, pp.790-796