

課題番号 :2023A-E21
利用課題名 (日本語) :リチウムイオン二次電池における電極反応相の全散乱測定による構造解析
Program Title (English) :X-ray total scattering study on the solid electrolyte interphase in lithium ion batteries
利用者名(日本語) :神垣 耕世, 笠井 修一, 佐久間 純, 大曾根 遼, 重岡 俊昭
Username (English) :K.Kamigaki, S.Kasai, J.Sakuma, R.Oosone, T.Shigeoka
所属名(日本語) :京セラ株式会社

キーワード :

1. 概要 (Summary) 目的・用途・実施内容

負極に高容量負極材料として有望な Li 金属を用いたリチウムイオン二次電池 (L I B) について、充放電過程で電極上に形成され電池寿命を大きく左右する電極-電解質反応相 (S E I) の構造 (平均構造、局所構造) を高エネルギー X 線全散乱測定により明らかにする事で、電池特性の劣化メカニズムの解明に結び付け、長寿命高容量電池を実現する事を目指している。本実験では特に充放電サイクル初期の状態に着目し、フルセル仕様にて 1 サイクルで生成された SEI の構造調査を行った。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

【サンプル作製】

・電池セル作製 (材料/構造) :電池セル構成は、負極 (Li 金属) /セパレータ (PE) /正極 (NMC ; $\text{Li}(\text{Ni}, \text{Mn}, \text{Co})\text{O}_2$)、電解液 (LiFSI/DME、濃度 4M)。充放電レートは 0.1C で、1 サイクルの充放電処理を実施。

・PDF 測定用サンプル作製:作業は全てドライルーム中にて実施。充放電後の電池セルを解体し、取り出した SEI/Li 金属板を DMC 溶媒により洗浄後、3 時間自然乾燥。Li 負極表面の反応相 (SEI) をブラシを用いて Li 金属板から物理的に採取し、2mm Φ の石英ガラスキャピラリーに充填後エポキシ樹脂で封止した。

【実験方法】 X 線全散乱測定 (PDF 測定) は、ビームライン BL22XU (κ 型 6 軸回折計) にて実施。X 線エネルギーは 60keV ($\lambda=0.206\text{\AA}$)、ビームスポットサイズは 1mm x 1mm。2 θ スキャンモードで 2 $\theta=0.7^\circ$ - 40 $^\circ$ の範囲をスキャンし散乱強度を測定した。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

算出した二体分布関数 (PDF) において、図 1 に示すように、1.6 \AA に明瞭なピークを観測した。本ピークは、Bragg 回折ピークにて同定した Li、Li₂O、及び LiH 結晶相の結合長には対応しておらず、電解質の分解生成物に由来する可能性が考えられる。今後、詳細な解析を進める。

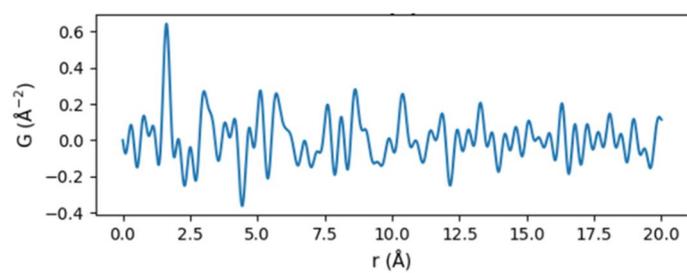


図 1. 充放電 1 サイクルで生成された SEI の PDF プロファイル。

4. その他・特記事項 (Others)

「なし」