# 電気化学エネルギーデバイスの反応場を可視化するオペランドX線解析技術の開拓

折笠 有基（立命館大学・生命科学部）

## 全固体電池の充放電下CT測定技術開発

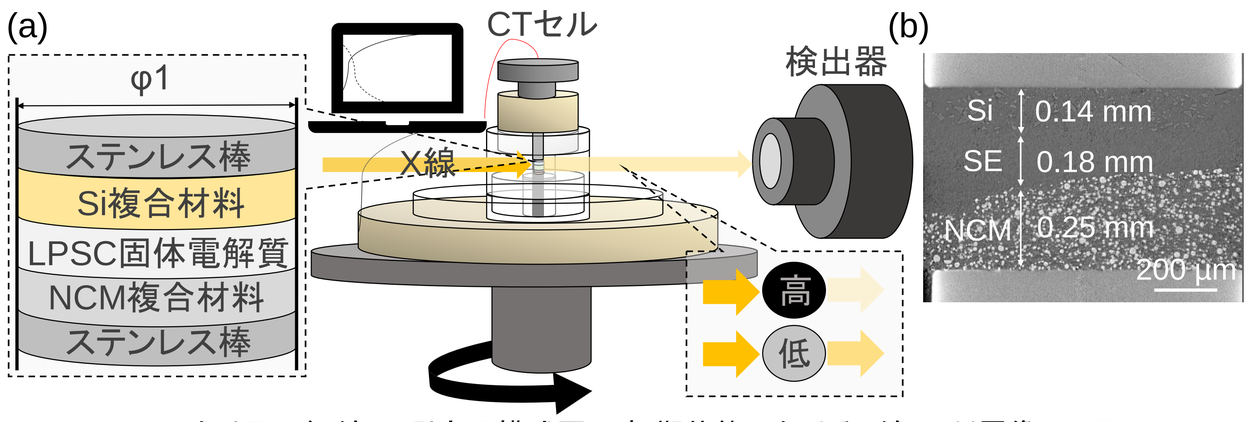



Fig. (a) オペランドX線CT測定の模式図(b)初期状態におけるX線CT断層像(XY面)

**X線CT測定条件** SPring-8 BL20XU

X線: 20 keV, 分解能: 0.5 μm / pixel (マイクロCT), 85 nm / pixel (ナノCT)

**充放電測定条件**

電流値: 0.58 mA $cm^{-2}$ (0.07Cレート相当), WE: NCM, CE: Si

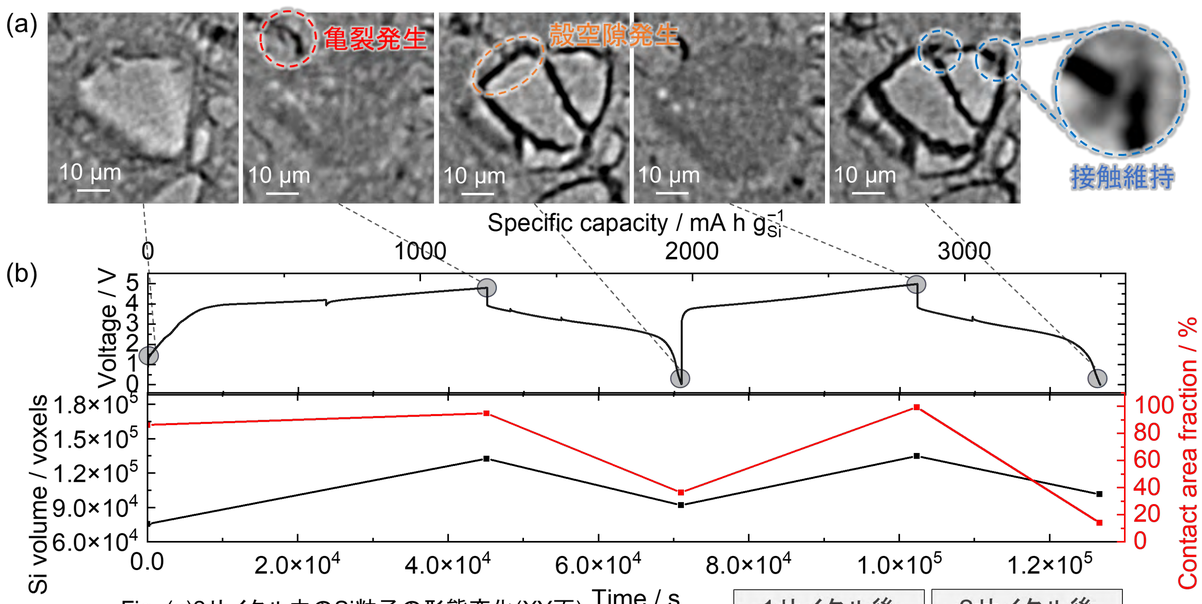



Fig. (a)2サイクル中のSi粒子の形態変化(XY面)
(b)充放電プロファイルとSiの体積変化に伴う接触率変化の関係

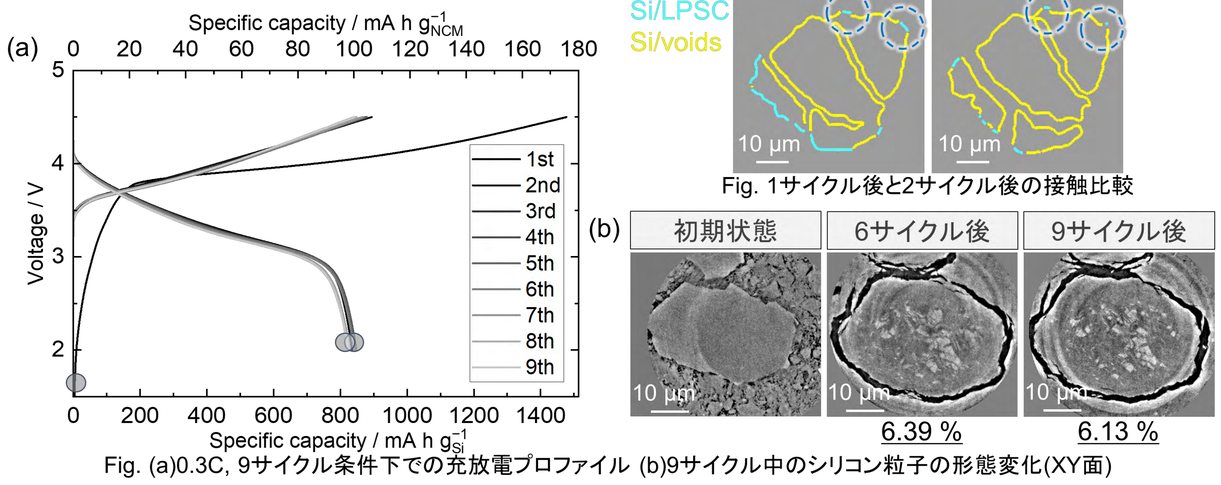






Fig. 1サイクル後と2サイクル後の接触比較




Fig. (a)0.3C, 9サイクル条件下での充放電プロファイル (b)9サイクル中のシリコン粒子の形態変化(XY面)

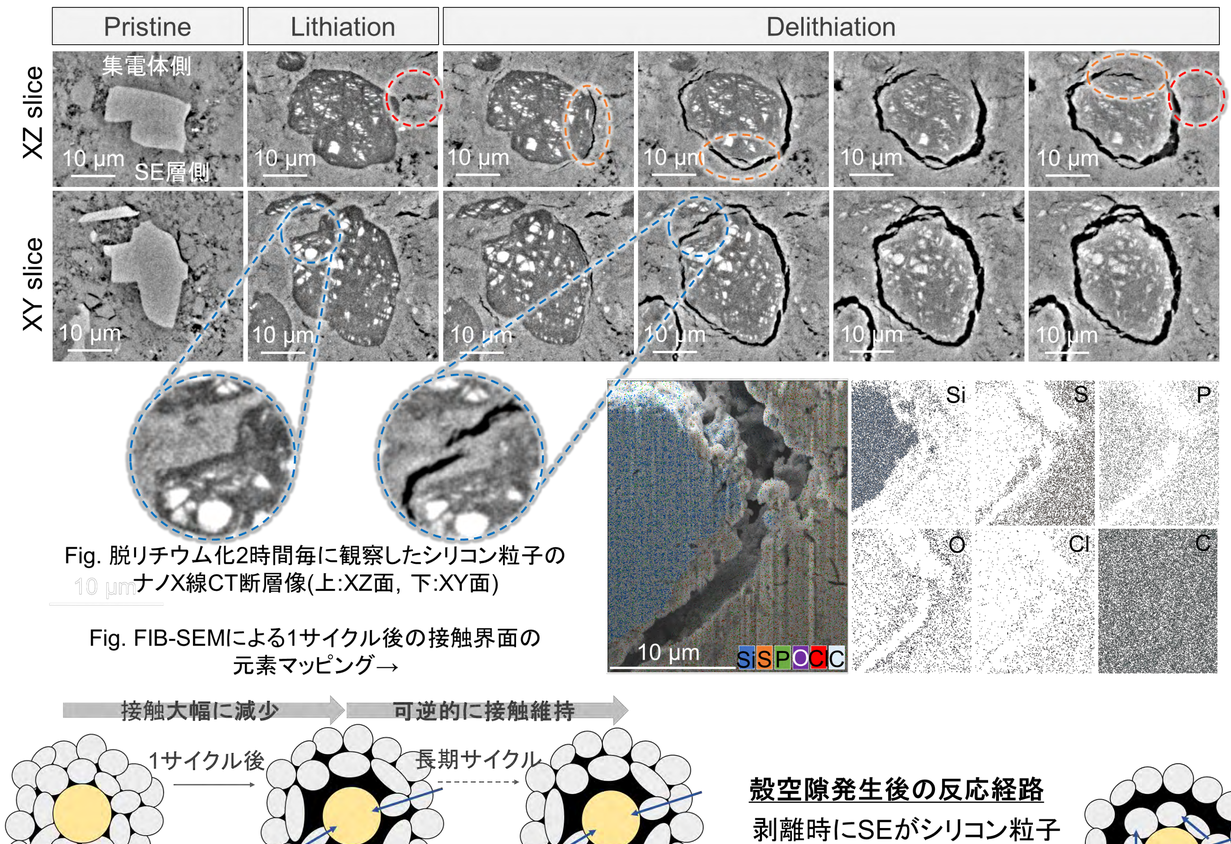



Fig. 脱リチウム化2時間毎に観察したシリコン粒子のナノX線CT断層像(上:XZ面, 下:XY面)

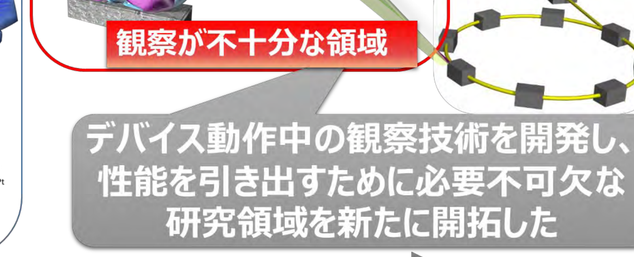



Fig. FIB-SEMによる1サイクル後の接触界面の元素マッピング→




1サイクル目に接触が大幅に減少⇒**大きな容量劣化**
2サイクル目以降は可逆的に接触を維持⇒**容量維持**

**殻空隙発生後の反応経路**

剥離時にSEがシリコン粒子表面に残留し、残留したSEと周りのSEが接触形成
⇒**イオンの授受達成**




## まとめ




## 燃料電池・水電解セル内のカチオン移動可視化技術

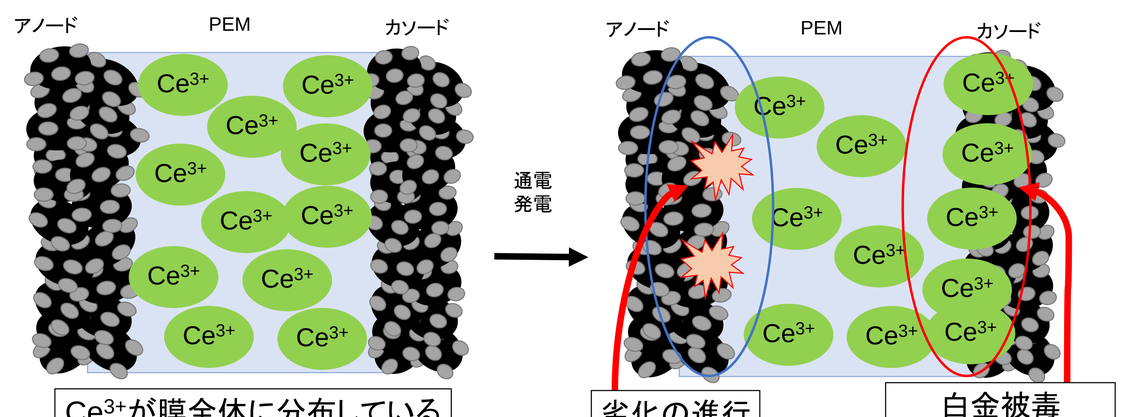
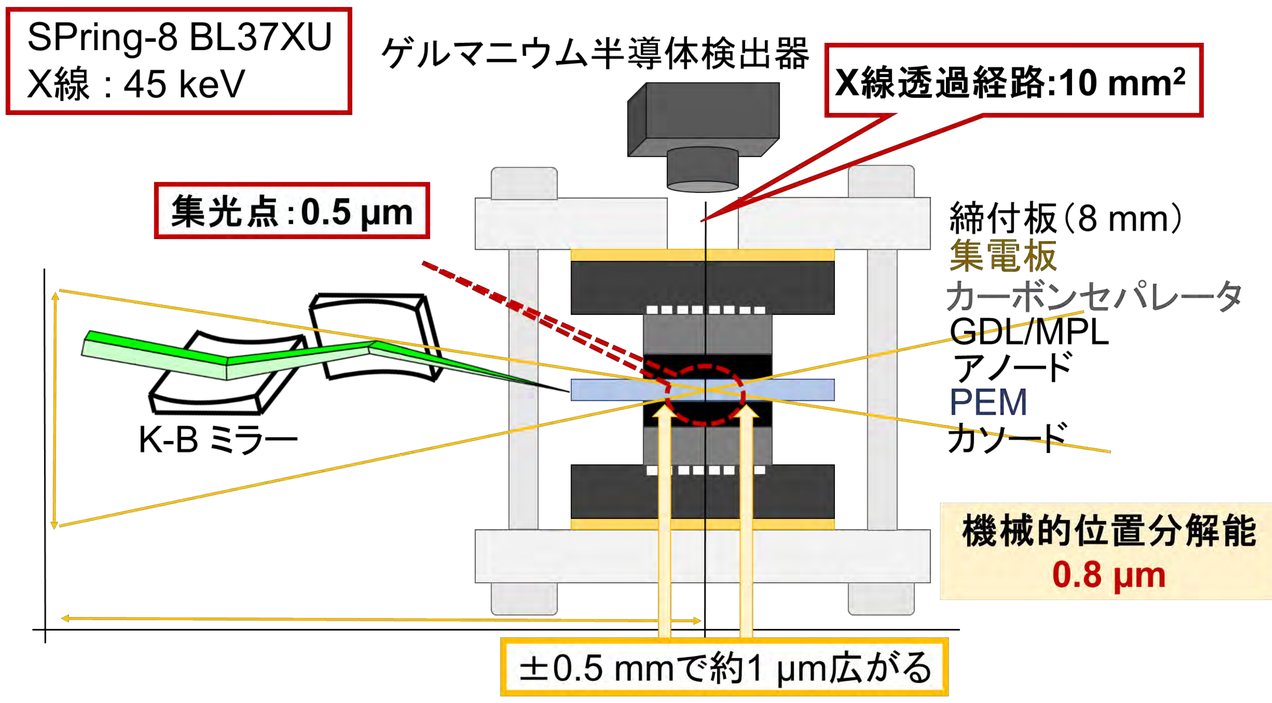
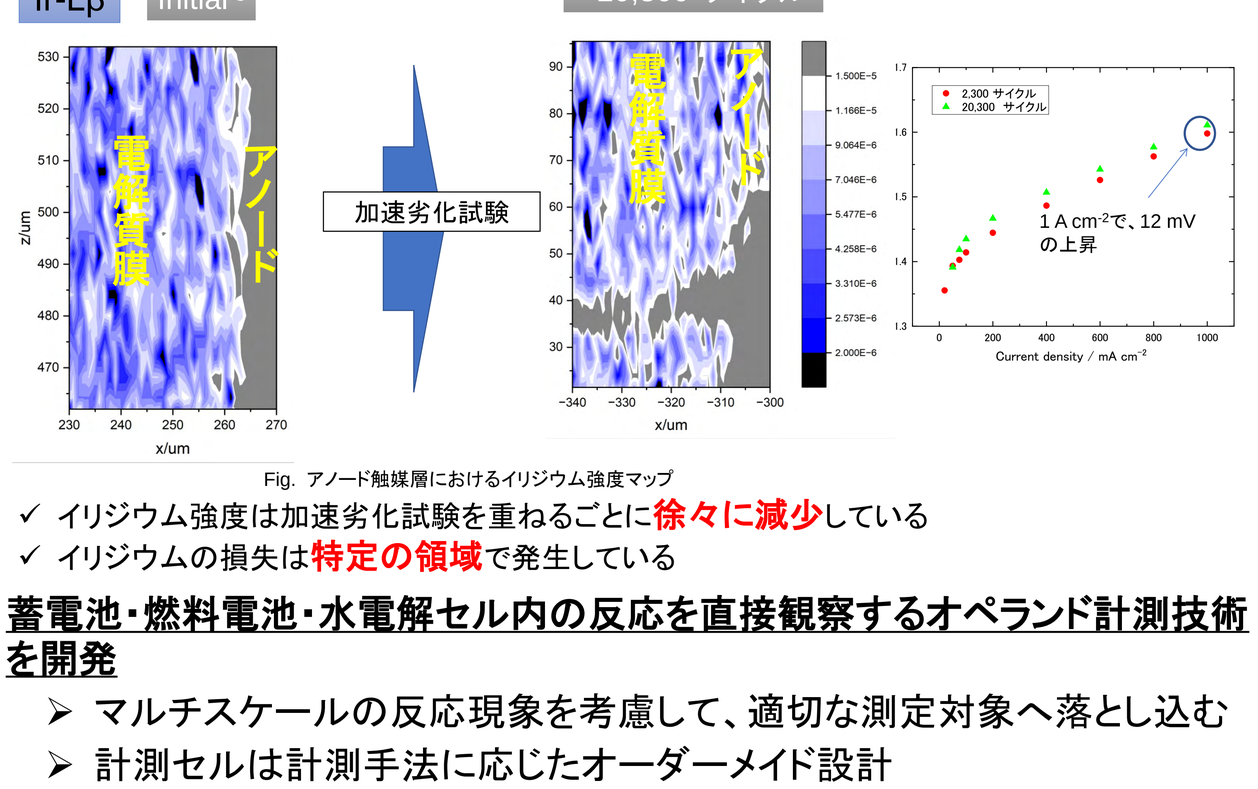



Fig. 固体高分子形燃料電池発電時のセリウムの移動とその影響

SPring-8 BL37XU
X線：45 keV




セル温度:80 ℃, RH 100 %(Ca:$O_2$, An:$H_2$)
1 line scan:20 seconds




発電前後でセリウムイオンは膜内を数秒で移動する。
電流密度の増加に応じて移動量も増加する。

PEM型水電解セル中でのアノードIrの強度変化




Fig. アノード触媒層におけるイリジウム強度マップ

- ✓ イリジウム強度は加速劣化試験を重ねるごとに**徐々に減少**している
- ✓ イリジウムの損失は**特定の領域**で発生している

**蓄電池・燃料電池・水電解セル内の反応を直接観察するオペランド計測技術を開発**

- ➢ マルチスケールの反応現象を考慮して、適切な測定対象へ落とし込む
- ➢ 計測セルは計測手法に応じたオーダーメイド設計
- ➢ 計測の情報は、デバイスの性能支配因子とセットで解析する

→試行錯誤を減らしたデバイス性能向上へ寄与できる

**今後の展開イメージ**

- ➢ 比較的解析・計測が容易な初期性能が従来のターゲット

→長寿命高耐久高安全なデバイスに資する劣化解析

謝辞　受賞にあたり、本賞の選考・審査に携わられた皆様、これまで研究をご指導くださった先生方に心より御礼申し上げます。また、研究を共に進めてくださった共同研究者、学生の皆様に深く感謝申し上げます。