

利用実績報告書

(令和 6 年度)

企業名等	マクセル株式会社	利用実績 (h)	12
課題名	全固体電池の微細構造分析、全固体電池の状態分析		
利用ビームライン	BL (09W) BL (08W)	測定手法	X線 CT (全固体電池の微細構造分析) XAFS (全固体電池の状態分析)
測定体制	・ X 線 CT : お試し代行測定 技術サポート : PhoSIC 平本様、東北大学 佐々木様、試料作製 : マクセル (株) ・ XAFS : お試し代行測定 技術サポート : PhoSIC 神谷様、試料作製 : マクセル (株)		
利用目的	全固体電池は高出力で安全性の高い電池として注目されている。しかし、電池内の異物の動態などについて不明な点もあり、長期的な信頼性を付与するための知見を増やす必要がある。よって当該課題では高精細な X 線 CT 観察が可能と期待される NanoTerasu を用いて電池内部の異物の動態を観察し、その対策指針を得ることを目的とした。また、高温劣化後の電池内部の副反応生成物について XAFS を用いた定量分析を行うことで、全固体電池のさらなる長寿命化を実現するための開発指針を得ることも目的とした。		
測定条件 ・ 内容	・ X 線 CT (全固体電池の微細構造分析) 電池の作製段階で予め電極に金属片を入れた、市販試薬の $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ を使用した直径 8 mm 程度の硫化物系全固体電池を作製し、アルミラミネート袋に密閉した。工業用 X 線 CT 装置でそれらの位置や形態を確認し、NanoTerasu に持ち込んだ。アルミラミネート袋の影響を少なくするために袋の端を箱型に折り曲げて X 線 CT 観察を実施した (図 1)。  図 1 サンプルと検出器の距離を測定している様子 ・ XAFS (全固体電池の状態分析) 正極から集電体を除去した状態の、市販試薬の $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ を使用した硫化物系全固体電池を作製した。150℃環境下での充放電サイクル試験前後の正極の XAFS 測定を行った。		
結果概要	・ X 線 CT (全固体電池の微細構造分析) 工業用 X 線 CT 装置で確認されていた金属片が NanoTerasu では識別できなかった。X 線のエネルギーが 30 keV と工業用 X 線 CT 装置 (管電圧 225kV の白色 X 線) よりも低かったため、メタルアーチファクトとポアソンノイズの両方の影響を受けており、そこにリングアーチファクトも重なったことで識別を困難にしたと考えられる。 ・ XAFS (全固体電池の状態分析) 電子収量法を用いて測定した硫黄の K 吸収端スペクトルについて、線形結合フィッティング解析による定量分析を行った。結果、150℃環境下でのサイクル試験前の電池の正極では見られなかった硫黄などの $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ の酸化分解生成物が、サイクル試験後に増えていることが明らかとなった。固体電解質の酸化分解が生じたことを示唆する。定量的な組成分析を可能とすることは、全固体電池の正確な寿命予測を行う上で有用と考えられる。		