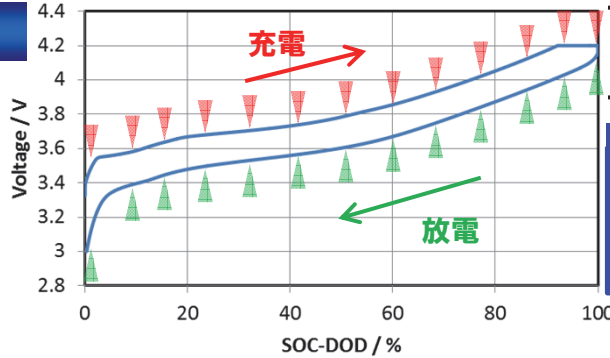
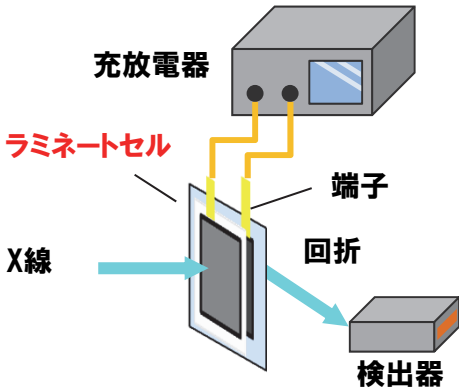


充放電 *in situ* XRDを用いたLIBの劣化解析

サイクル前後のLIBに対し、充放電 *in situ* XRD (X線回折) を測定することで、劣化に伴う構造変化を捉えることができる。ここでは、正極に着目し電気化学評価を合わせて劣化解析を行った事例を示す。

充放電 *in situ* XRDの測定方法・特徴



充放電させながら各SOC・DODにおけるXRDを測定

XRDで得られる情報

- ・格子定数の変化
- ・結晶量
- ・相転移

メリット

- ・非破壊で正負極の状態を確認可能
- ・正負極の反応を同時に解析可能
- ・サイクル試験時の経時劣化を同一試料で評価可能

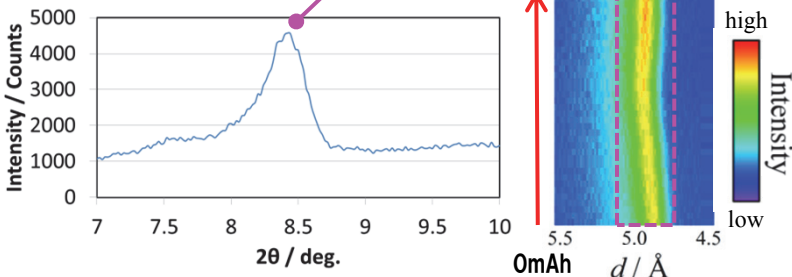
事例：サイクル前後における正極の変化

<ラミネートセル構成とサイクル試験条件>

正極: NCM523 負極: 人造黒鉛 電解液: 1M LiPF₆ EC:DEC=3:7 1Cレート、300サイクル

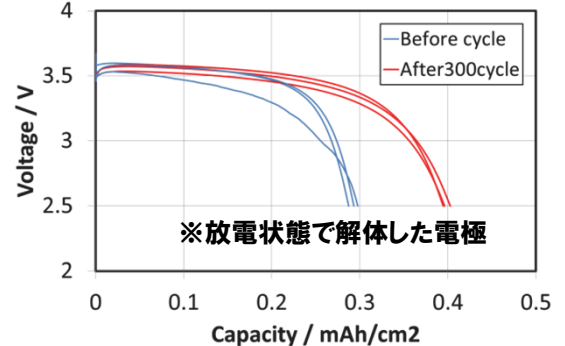
in situ XRD結果

正極(003)ピーク

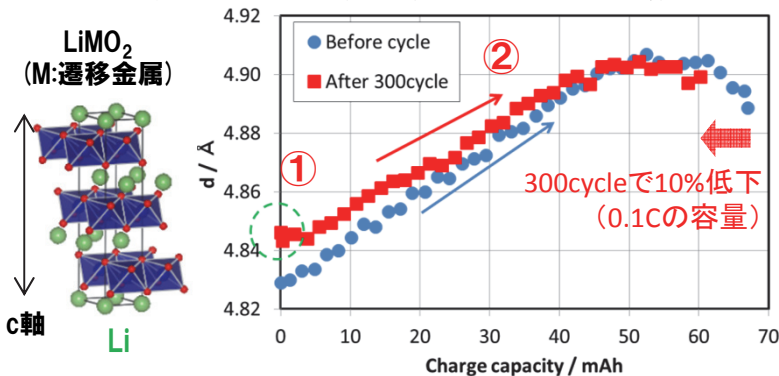


電気化学評価

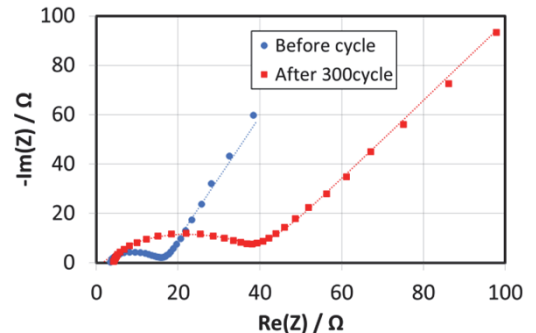
現象①の確認⇒ハーフセルの残放電容量評価



サイクル前後における正極(003)ピークの変化を比較



現象②の確認⇒インピーダンス評価 (@3.0V)



捉えられた構造変化と推定される現象

- 現象① 未充電時にc軸大⇒正極へLi戻り切っていない
 現象② c軸の膨張が緩やか⇒反応性低下(抵抗上昇)

- ① Liが正極に戻り切っていない事を確認
 ② 抵抗上昇を確認

in situ XRDで得られた結果と電気化学評価の結果が一致しており、非破壊で劣化状態の解析が可能