

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019BM0005 実験課題名(Title of experiment) リチウム吸蔵ハードカーボンの中性子散乱分析 実験責任者名(Name of principal investigator) 津村佳弘 所属(Affiliation) 株式会社クラレ	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA: BL-20 実施日(Date of Experiment) 2020/01/19

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>中性子散乱法は、その高い透過性と同位体効果により、実電池内部の活物質構造変化を調べることに好適であり、様々な研究が実施されている。中でもリチウムイオン二次電池(以下 LIB)の負極活物質として使用される炭素材料は、Li イオンが吸蔵された充電状態で大気に触れると発火の恐れがあり、他の分析手法では電池内部での構造変化を調べるのが困難なことから、中性子散乱や中性子イメージングが検討されている。</p> <p>今回の実験では炭素構造と LIB の充放電特性に関する知見を得るべく、充放電過程における炭素構造や Li 吸脱着挙動や Li 構造(インターカレート Li・クラスター状 Li)の変化を調査することを試みた。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) 負極(黒鉛・開発品)とニッケル・コバルト・マンガン酸化物(以下、NCM)正極を用いたラミネート型 LIB 2.2 実験方法(Experimental procedure) 負極材と結着剤を含む水系懸濁液を銅箔上に塗工し、乾燥・プレスして電極を作製する。別途調製してアルミニウム箔上に塗工した NCM 正極とともに打ち抜き、充放電端子接続用タブを各集電箔に溶接して真空乾燥する。正極をポリプロピレン製絶縁膜で覆って負極と重ね、袋状のラミネート外装材の中に入れ、電解液を注入して真空封止する。初期エージング充放電を行った後、発生ガスを除くため一旦開封した後に再度真空封止する。複数の異なる充電状態にて炭素構造を調べるため、充電深度 0, 50, 100, 150%の各状態まで充電し、WAND 測定に供した。

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

開発品は黒鉛に比して結晶性が低いゆえに炭素とLiのそれぞれの結晶構造を正確に同定することができず、また期待していた充電深度を変えた際のLiの吸蔵状態の変化を捉えることができず、今回の実験から高入出力を示す炭素材料の特徴付けが可能となるだけでなく、他の炭素物性分析や構造解析と組み合わせることで、さらに高性能な炭素材料を目指すための原料構造・製造プロセス改良指針を得られなかった。

4. 結論(Conclusions)

異なる充電状態にしたラミネート型LIBのWAND測定に取り組んだ。充電深度を変えた際の炭素構造の変化やLiの吸蔵状態の変化を捉えることを目的としていたが、サンプル間での明瞭な差が見いだせず、目的としていた解析・考察までは行えなかった。