

未来社会創造事業 探索加速型
「共通基盤」領域
年次報告書(探索研究期間)

令和3年度採択研究開発代表者

[研究開発代表者名:雨澤 浩史]

[東北大学 多元物質科学研究所・教授]

[研究開発課題名:3D マルチスケール/モーダルオペラント
化学分析プラットフォームの確立]

実施期間 : 令和4年4月1日～令和5年3月31日

§1. 研究開発実施体制

(1)「高空間/時間分解 X 線 CT-XAFS 計測技術の開発」グループ(高輝度光科学研究センター)

①研究開発代表者:関澤 央輝 (高輝度光科学研究センター放射光利用研究基盤センター分光推進室、主幹研究員)

②研究項目

- ・高空間/時間分解 CT および CT-XAFS 計測技術の開発
- ・蓄電池材料評価のための高速オペラント CT-XAFS 計測システムの構築

(2)「高空間/時間分解オペラント X 線 CT-XAFS 計測」グループ(東北大学)

①主たる共同研究者:雨澤 浩史 (東北大学多元物質科学研究所、教授)

②研究項目

- ・蓄電池作動条件下での計測が可能な結像型・投影型 X 線 CT-XAFS 計測セルの開発
- ・蓄電池合剤正極の結像型・投影型オペラント CT-XAFS 計測の実施
- ・蓄電池合剤正極の活物質粒子性状と電気化学特性の相関の検討

(3)「高空間/時間分解オペラント X 線 CT 計測」グループ(京都大学)

①主たる共同研究者:内本 喜晴 (京都大学大学院人間・環境学研究科、教授)

②研究項目

- ・蓄電池作動条件下での計測が可能な結像型・投影型 X 線 CT 計測セルの開発
- ・蓄電池合剤電極のマルチモーダル計測に向けた実験条件, 計測モードの最適化
- ・蓄電池合剤負極のモルフォロジーと電気化学特性の相関の検討

(4)「実構造に基づく輸送-反応連成数値解析」グループ(京都大学)

①主たる共同研究者:岩井 裕 (京都大学大学院工学研究科、教授)

②研究項目

- ・電極の均質化モデルを採用した一次元輸送-反応連成数値解析
- ・電極の実構造に基づく三次元輸送-反応連成数値解析

§2. 研究開発成果の概要

本研究開発では、高空間/時間分解、マルチスケール/モーダル、三次元で、デバイスや材料内部の微細構造や化学状態分布をオペラント分析できる、X 線 CT および X 線 CT-XAFS 計測を基盤とした化学分析プラットフォームを確立することを目的としている。この目的に対し、今年度は、昨年度までに開発した、高空間/時間分解 CT および CT-XAFS 計測技術、蓄電池を計測対象にしたオペラント CT および CT-XAFS 計測用セル・システム、計測結果を考慮・再現する輸送-反応連成数値解析手法の更なる高度化を図ると共に、これらを全固体あるいは液系リチウムイオン二

次電池の解析に適用した。計測技術の開発では、新たな光学系・検出器の導入、三次元再構成手法の改良、ノイズ低減処理の改善などにより、投影型 CT で $0.7 \mu\text{m} \cdot 1 \text{ 秒}$ 、結像型 CT で $110 \text{ nm} \cdot 30 \text{ 秒}$ の空間・時間分解能を達成した。CT-XAFS でも、投影型で $2.3 \mu\text{m} \cdot 1 \text{ min}$ 、結像型では $300 \text{ nm} \cdot 10 \text{ min}$ の空間・時間分解能と、掲げていた数値目標をクリアする計測を実施した。さらに実際の電池を用いた計測を行い、合剤正極・負極における微細構造や反応分布を電池作動下で、三次元かつ高空間分解能で可視化することに成功した。これにより、容量低下やサイクル劣化を引き起こす要因を明らかにする方法論が確立されたが、これらは、高空間/時間分解、マルチスケールモデル、三次元でのオペランド分析が可能な X 線 CT ならびに X 線 CT-XAFS 計測によってのみ可能であることを示した。さらに、連成数値解析では、実電極微構造をそのまま計算系とする三次元数理モデルを構築し、電池の充放電という非定常の現象についても現実的な時間での評価が行えるようになった。

【代表的な原著論文情報】

1. 雨澤浩史、木村勇太、「放射光 X 線を用いた全固体電池における反応分布の三次元オペランド分析」、*電気化学*, 90(1), 32-38 (2022).
 2. K. Nitta, H. Suga, O. Sekizawa, “Present status of micro-spectroscopy at BL37XU”, *Rad. Phys. Chem.*, available online (2023).
- 他、2 報を投稿中。