



## 二次電池用炭素材料表層の局所構造解析

渡部孝<sup>1</sup>, 牟田幸浩<sup>1</sup>, Wang Xiaoyang<sup>1</sup>, Yelin Zhao<sup>1</sup>,  
齋藤永宏<sup>1</sup>, 渡辺義夫<sup>2</sup>

1 名古屋大学, 2 あいちシンクロトロン光センター

キーワード：ソリューションプラズマ, カーボンブラック, 負極材, 全電子収量法, NEXAFS

### 1. 背景と研究目的

炭素材料は二次電池の負極材料として利用されているが、その粒表層の微細構造（数オングストローム～数 nm）は透過電子顕微鏡をはじめとする様々な観察・分析手法を駆使しても特定が困難である。また、不規則系構造が混在する場合はさらに解析を困難にしている。

LIB の特性向上のためには  $\text{Li}^+$  のイオン伝導メカニズムを明らかにする必要があるが、正極材料に比べると取り組みが遅れている。我々のグループではソリューションプラズマ(SP)技術<sup>[1]</sup>を用いて純水中のカーボンブラック粒の表層から皮むきの様に外殻を剥がし、遠心分離による回収を繰り返すことで再表層から深さ方向の層毎にサンプリングに成功した、これを全電子収量法 XAFS (TEY-XAFS) により各外殻層の試料毎に平均構造情報を取得しその効果を確認する。

令和元年度～令和3年度の予定で推進中の知の拠点あいちIII期・研究テーマPI2で炭素材料/二次電池材料全般の新機能開発やプロセス開発、関連製品の不良解析に有益に活用できるデータベース整備を進めており、今回の一連の測定・解析データについても採用予定である。

### 2. 実験内容

あいちシンクロトロン光センターBL7UにてSPにより市販カーボンブラック粒の外殻を3段階(0 min., 10 min., 30 min)の処理で深さ方向へ回収した炭素粉末の全電子収量法 XAFS (TEY-XAFS) 測定を行いSPにより不要なダメージなく表層から深さ方向への各殻の回収ができているのか確認した。

### 3. 結果および考察

得られた炭素 K 吸収端 NEXAFS を Fig.1 に示す。各 NEXAFS は典型的な  $\text{SP}_2$  炭素のスペクトル形状を呈するが、処理時間の違いによる変化は見られない。未劣化のカーボンブラックを用いているので、深さ方向に削っていても変化は見られないはずである。逆に深さ方向へ進むにつれてよりスペクトルがなまり、不定形的になる場合や C-O 結合のピークが現れたりする場合には SP によるダメージが時間と共に表層から深さ方向へ蓄積され、今回の目的には向いていない手法になってしまう。本結果は良好な SP 処理が確認されたといえることができる。

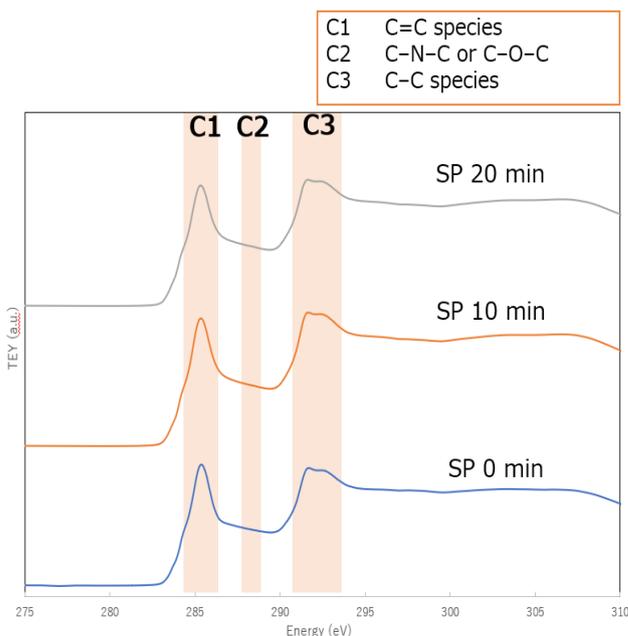


Fig1. SP 処理により剥離・回収したカーボンブラック粉末外皮(外殻)の C K-edge NEXAFS

### 4. 参考文献

[1]. Chae, S., Bratescu, M. A., & Saito, N. (2017). *The Journal of Physical Chemistry C*, 121(42), pp23793-23802.