

基于 X 射线衍射仪的电池原位测试装置开发

邵成, 吴兵, 朱晓光

(中国科学院合肥物质科学研究院, 合肥 230031)

摘要: X 射线衍射仪是一种利用 X 射线衍射原理, 精确测定物质的晶体结构, 进行物相分析、结构研究等的仪器。我们现有设备, 不能原位研究电化学反应体系中电极变化及结构演变。以二次电池为例, 通过 XRD 信息反应的电化学过程中电极材料的晶体结构、体积变化和相变等, 能够分析储能及容量衰减等机理。目前, 我们主要通过拆解电池, 取出电极材料进行 XRD 非原位表征, 但后处理性质限制了研究材料动力学特性的能力。因此本工作自主研发了一种可耦合在 X 射线衍射仪上, 对锂离子电池电化学反应体系中电极变化及结构演变进行实时原位测量的装置。经实验证明, 该装置可以在电池充放电时实现原位 XRD 测量, 实时观测电极材料的物相结构变化。且装置整体拆卸、组装极为方便快捷, 可重复使用。

关键词: X 射线衍射; 原位; 二次电池

Development of in-situ testing equipment for batteries based on X-ray diffractometer

Shao Cheng, Wu Bing, Zhu Xiaoguang

(Hefei Institutes of Physical Science, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China)

Abstract: X-ray diffractometer is an instrument that utilizes the principle of X-ray diffraction to accurately determine the crystal structure, perform phase analysis, structural research, and more. Our existing equipment cannot conduct in situ research on electrode changes and structural evolution in electrochemical reaction systems. Taking secondary batteries as an example, the crystal structure, volume changes, and phase transitions of electrode materials during the electrochemical process of XRD information can be analyzed the mechanisms of energy storage and capacity decay. At present, we mainly disassemble the battery and remove the electrode material for XRD non in-situ experiment, but the post-processing properties limit our ability to study the dynamic characteristics of the material. Therefore, this work independently developed a device that can be coupled to an X-ray diffractometer for real-time in-situ measurement of electrode changes and structural evolution in the electrochemical reaction system of lithium-ion batteries. It has been experimentally proven that this device can achieve in-situ XRD measurement during battery charging and discharging, and observe the phase structure changes of electrode materials in real-

time. And the overall disassembly and assembly of the device is extremely convenient and fast, and can be reused.

Keywords: X-ray diffraction; In situ; Secondary battery

X 射线衍射仪是一种利用 X 射线衍射原理（如图 1a），精确测定物质的晶体结构，进行物相分析等的仪器。它主要由射线探测器 A、样品台及测角仪系统 B、高稳定的射线源 C 及衍射图的分析处理系统等组成（如图 1b）。当测试样品置于样品台，由射线源射入的 X 射线经过测试样品衍射后，被探测器接收，再通过分析处理系统处理，得到衍射图样。

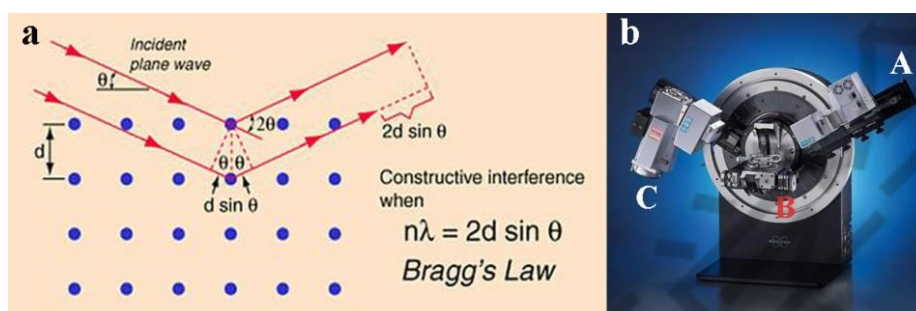


图 1 a. 晶体中射线衍射的基本关系； b. X 射线衍射仪组成

储能领域的迅速发展急需对现有能源材料进行改进和突破，同时随着电动汽车的蓬勃发展，产生了大量报废电池。解决电池回收利用问题，有助于避免持续采矿和有害电池废弃物积累带来的环境风险。所以当下实现电池电极材料相变过程的原位表征是能源材料领域的科研热点。对于电池在实际工作中的反应,衰退机制等深入分析尤为重要。这可以通过原位表征技术得以实现,具体而言可以通过电池反应过程中的电极材料的结构转变,氧化还原过程,副反应的发生等信息来反应^[1]。

目前，我们的 XRD 暂时不具备这个功能，主要在两个方面存在不足。一是不能原位研究电化学反应体系中电极变化及结构演变等。以二次电池为例，通常情况下，通过 XRD 信息反应的电化学过程中电极材料的晶体结构、体积变化和相变等，能够分析储能及容量衰减等机理。目前，我们主要通过拆解电池，取出电极材料进行 XRD 非原位表征，但后处理性质限制了研究材料动力学特性的能力。在真实的电池工作条件下获取信息对锂离子电池的研究至关重要。二是不能研究电解液环境和密封环境下反应体系中材料性质。一般情况下，电池反应体系处于密封的电解液环境中，而且正负极材料相对，很难用 XRD 来表征固/液界面上反应物和生成物的性质^[2]。因此我们对 X 射线衍射仪功能进行升级，下面将详细介绍自研的 XRD 二次电池原位测试装置。