

電気化学自動実験による ハイスループット材料探索

SATテクノロジー・ショーケース2022

■ はじめに

近年、MI(マテリアルズインフォマティクス)を用いたアプローチによる材料開発に関する試みが盛んである。従来の研究者の経験と勘に頼った材料探索に替わって、材料データベースや機械学習などを活用することで、新材料発見の時間やコストの削減が期待されている。このようなデータ駆動型の材料開発を実施するためには、MI手法を適用するためのデータを確保することが第一に必要なとなる。データ取得の方法としては大きく、①データベース、②文献、③計算、④実験、が挙げられる。MI適用に必要な希望の大量データセットの取得に向けては、実験の自動化・ハイスループット化が有効な手法である。

■ 活動内容

1. 電気化学自動実験技術の開発

筆者らの研究グループでは、バイオ分野で確立された液体ハンドリング技術、プレート搬送技術を積極的に用いることで、リチウムイオン電池用電解液の探索をターゲットとした実験自動化システムの開発を行ってきた。測定の実自動化・ハイスループット化は、近年創薬分野を中心に発展が著しく、従来、バイオ分野で確立された装置を利用することで、高性能システムを比較的安価に構築することが可能となる。このような既存の自動測定装置群を効果的に活用するためには、バイオ分野で広く用いられているマイクロプレートに基づいた電池評価セルを用いる必要がある。そこで、96ウェルタイプのマイクロプレートの各ウェル内部に電極・電解液を配置した微小電気化学セルを開発した。マイクロプレートのウェル内に配置された微小電気化学セルを用いて得られた代表的な電気化学測定結果を示す。このような微小電池セルをウェル内部に搭載した96ウェルマイクロプレートを用い、ハイスループット電池評価システムを構築した。グローブボックス内部に設置した、非接触式分注装置、プレート搬送装置、充放電評価装置が連動的に制御されることで、電解液の充填操作・電池特性評価を連続的に実施することができる。このようにして作成した電池評価システムは、測定スループット1000 sample/dayを実現し、1週間以上の連続自動運転が可能である。

2. 次世代蓄電池材料のハイスループット探索

開発した電解液添加剤探索の実験自動化装置の有効性を検証することを目的として、金属リチウム負極をモデル

系として採用し、その反応効率を最大化する電解液添加剤の探索を行った。14種類の溶液を添加剤候補として用意し、非接触式分注装置により、この14種類の中から任意の5種類を選択し、マイクロプレートの各微小電池セルに注液することで、電解液を調液した。注液操作後の微小電気化学セルが搭載されたマイクロプレートは、充放電装置に電気化学的に接続され、各セルのクーロン効率を評価することができる。ここで、クーロン効率は、集電体であるニッケル基板上に金属リチウムを析出し、その後、電気化学的に溶解した金属リチウムのクーロン数から算出する方法により算出した。14種類の添加剤溶液の中から5種類の化合物を選択する全ての組合せ(${}_{14}C_5 = 2002$ 通り)について評価を行うことができる。このような網羅的な探索の結果、特定の5種類の添加剤を含んだ電解液が、金属リチウムの反応効率を飛躍的に向上させることを見出した。重要なことに、5種類のうち1種類でも化合物が欠けるとリチウム反応効率が著しく低下する。この結果は、本電解液で観測された高いリチウム反応効率が、複数の化合物の協調的效果に由来することを示唆している。

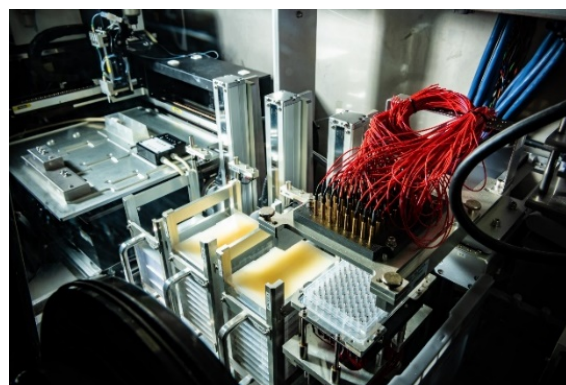
■ 関連情報等(特許関係、施設)

S. Matsuda, K. Nishioka, S. Nakanishi, Sci. Rep., 9, 6211, (2019)

No: 2019189252 電気化学測定システム、リアクタ、及びマイクロプレート (2019)

特開2020-183885号 電気化学測定システム、及び電気化学測定方法 (2020)

特開 2020-153733 号 自動電気化学測定システム、および、電気化学特性を自動測定する方法 (2020)



代表発表者 松田 翔一(まつだ しょういち)
所 属 国立研究開発法人 物質・材料研究機構
エネルギー・環境材料研究拠点
二次電池材料グループ
問合せ先 〒305-0044 茨城県つくば市並木 1-1
E-mail: MATSUDA.Shoichi@nims.go.jp
TEL: 029-860-4637

■キーワード: (1) 自動実験ロボット
(2) ハイスループット測定
(3) 蓄電池材料