

-交流インピーダンス測定用治具の開発-

全固体電池および燃料電池向け固体電解質の評価

研究開発部 中島 稔(滋賀県工業技術総合センターとの共同研究)

要約

全固体電池および燃料電池に用いられる固体電解質の評価の一つとして交流インピーダンス法があるが、固体電解質の評価には 10MHz 超という高周波数まで測定する必要がある。そのような目的に合致する測定治具を開発中であり、配線を改良することによって治具のインダクタンス成分を減少させることに成功した。その結果、10MHz における確度 $\pm 5\%$ での測定可能範囲は $2\Omega \sim 1k\Omega$ と実質 3 桁となり、固体電解質の温度を変化させた評価が可能となった。

1. 緒言

全固体電池および燃料電池に用いられる固体電解質は、有機電解液とはその評価条件などが異なる。評価方法の一つである交流インピーダンス法はそのまま適用できるが、固体電解質を評価するためにはより高周波数帯域での測定が求められる。そこで、弊社では固体電解質の評価を目的として、測定治具の開発を行っている。すでに、①最低 100°C までの加熱、②ガス雰囲気制御が可能、③1MHz 近傍までの測定 の3項目などに関しては達成できている(2012 年エレクトロテストジャパンにて発表済み)。尚、写真 1 は、100°C に加熱した状態の測定治具の外観写真である。

本論文では、電気化学的評価に高頻度で使用される Solartron 社製 FRA (周波数応答解析装置) 1260 と組み合わせて、10MHz という高周波数にも対応できる交流インピーダンス測定用治具となるように治具内配線に改良を加えた結果について報告する。



写真1. 測定治具外観

2. 測定治具の現状と新たな目標

《注》測定治具の判定基準

Tyco 社製チップ抵抗 (1608 サイズ) を使用して交流インピーダンス測定を行い、確度 $\pm 5\%$ (インピーダンス値 $\pm 5\%$ および位相 $\pm 4.5^\circ$) 以内を合格とする。

2. 1. 測定治具の現状

グラフ 1 左側に旧配線 (従来の配線) のときの Bode 線図を示す。上記基準に照らすと、10MHz において確度 $\pm 5\%$ を満たすのは $200\Omega \sim 2k\Omega$ である。10MHz における確度 $\pm 5\%$ での測定可能範囲は実質 1 桁で、温度を変化させた測定 (高温では低インピーダンス) を行うことはできない。これは治具のインダクタンス成分の影響により、高周波数域でインピーダンス値が増大することが原因である。

2. 2. 新たな目標

測定治具のインダクタンス成分を減少させ、10MHz における確度 $\pm 5\%$ での測定可能範囲を 3 桁以上確保する。

3. 実験方法

3. 1. 測定治具の改良

治具内の配線を最適化し、インダクタンス成分を減少させる。

3. 2. 交流インピーダンス測定

測定器; Solartron 社製 FRA 1260

測定条件

周波数; 1Hz \sim 32MHz, 交流振幅; 10mV

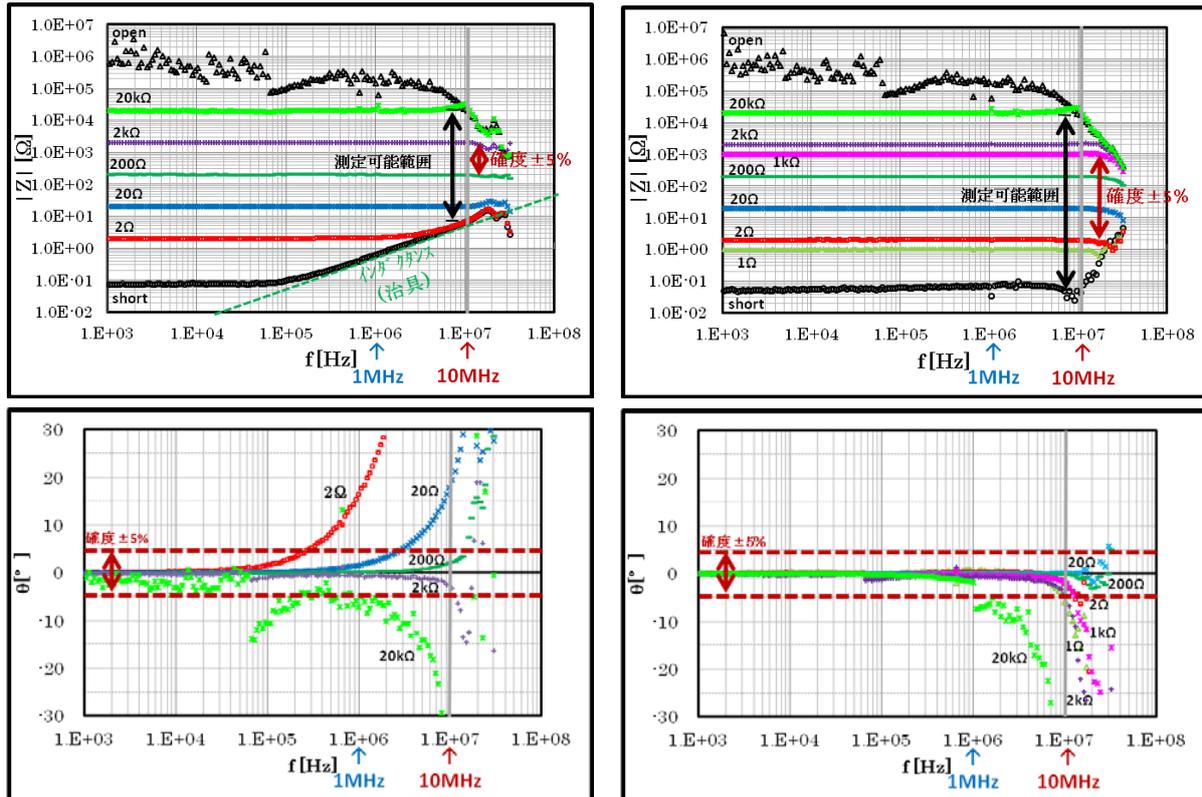
測定間隔; 10points/octave, 積算; 3回/cycle

測定温度; 室温, ガス雰囲気; 大気

電流レンジ; 600 μ A

測定試料; Tyco 社製チップ抵抗 $10\Omega^* \sim 20k\Omega$

*: 1Ω と 2Ω 測定時は 10Ω を並列接合して使用する。



グラフ1. Bode 線図 (インピーダンス、位相 vs 周波数) 左側；旧配線、右側；新配線

4. 実験結果

グラフ1右側に新配線での測定結果を示す。グラフ1左側の旧配線時の測定結果と比較すると明らかであるが、高周波数側の10MHzに到達しても治具のインダクタンス成分は観測されない(右上のグラフ)。また、位相は高周波数側の10MHzに到達してもプラス側にずれることはない(右下のグラフ)。インダクタンス成分が存在すると高周波数域で位相がプラス側にずれることから、新配線により治具のインダクタンス成分を減少させることに成功したと言える。

改良後の測定治具では10MHzにおける精度 $\pm 5\%$ での測定可能範囲は $2\Omega \sim 1k\Omega$ となり、旧配線時と比べて低インピーダンス側に広がり、実質3桁となった。尚、 1Ω 測定時のインピーダンス値は 0.94Ω および位相は -6.2° 、また $2k\Omega$ 測定時のインピーダンス値は $2.11k\Omega$ および位相は -4.6° とわずかに基準から外れているに過ぎない。これらの結果により、改良後の測定治具を用いると温度変化させた測定も可能である。また、測定可能な周波数域が10MHzまで広がったことも併せて、固体電解質の評価が可能である。

一方、電子部品測定用の市販測定治具(室温、

大気中のみ)と比較しても、改良後の測定治具は測定可能範囲が低インピーダンス側に1桁以上広い。温度・環境を制御できる点も含めて、改良後の測定治具に優位性がある。

5. 結言

交流インピーダンス測定用治具の改良により、下記のことが明らかとなった。

- ①10MHzにおける精度 $\pm 5\%$ での測定可能範囲は $2\Omega \sim 1k\Omega$ であり、実質3桁である。
- ②10MHzまでの周波数帯域で温度変化させた固体電解質の評価が可能である。

6. 今後の方針

- (1) 燃料電池向け固体電解質にも対応できるように 300°C 耐熱、さらには 500°C 超への耐熱化を図る。
- (2) 被測定物の装・脱着性の改善などの使い勝手に留意した設計変更を実施する。

謝辞

実験遂行にあたり多大なるご協力を賜りました滋賀県工業技術総合センター 機械電子担当 山本 典央氏に謝意を表します。