



HAL
open science

Analyse multi-techniques, corrélation entre ultrasons et diffraction des rayons x sur des cellules commerciales

Benjamin Mercier-Guyon, Corentin Renais, Maxime Servajon, Morian Sonnet,
David Wasylowski, Sandrine Lyonnard, Claire Villeveille

► To cite this version:

Benjamin Mercier-Guyon, Corentin Renais, Maxime Servajon, Morian Sonnet, David Wasylowski, et al.. Analyse multi-techniques, corrélation entre ultrasons et diffraction des rayons x sur des cellules commerciales. GFECI 2023 - Réunion Annuelle du Groupe Français d'Etude des Composés d'Insertion, Mar 2023, Biarritz, France. hal-04288037

HAL Id: hal-04288037

<https://hal.science/hal-04288037v1>

Submitted on 15 Nov 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Analyse multi-techniques, corrélation entre ultrasons et diffraction des rayons x sur des cellules commerciales

Benjamin Mercier-Guyon^a, Corentin Renais^a, Maxime Servajon^a, Morian Sonnet^b, David Wasyłowski^b, Sandrine Lyonard^c & Claire Villevieille^a

^a Univ. Grenoble Alpes, Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, Grenoble INP, LEPMI, 38000 Grenoble, France

^b Chair for Electrochemical Energy Conversion and Storage Systems, Institute for Power Electronics and Electrical Drives (ISEA), RWTH Aachen University, Jägerstrasse 17-19, 52066 Aachen, Germany

^c Université Grenoble Alpes, CEA, CNRS, IRIG, SyMMES, Grenoble, France

Les batteries Li-ion dominant actuellement le marché des systèmes électrochimiques mais souffrent toujours de problèmes de vieillissement. Pouvoir déterminer l'état de santé (*State of Heal*, SOH) des batteries lors de leurs vieillissements apparaît comme un point critique¹ pour assurer la sécurité des utilisateurs et, si nécessaire écarter/déconnecter les cellules d'un pack dont l'état de santé ne serait plus satisfaisant.

De très nombreuses études sur le vieillissement des matériaux de batterie ont déjà été menées, via une multitude de techniques, notamment en ayant recours aux grands instruments. Ces analyses, extrêmement précises permettent un suivi *operando* des mécanismes de dégradation mais sont très longues et lourdes à mettre en place²⁻³ et malheureusement, elles ne peuvent pas être implémentées dans un BMS (*Battery Management System*).

L'utilisation de la technologie ultrason, largement employée jusqu'ici dans de nombreux milieux industriels comme par exemple le nucléaire⁴ ou encore le médical⁵, présente un grand nombre d'avantages. Ces types de capteurs sont simples à mettre en œuvre, peu coûteux, et permettent des mesures de manière non destructives & *operando*. Ils pourraient permettre un suivi de la batterie « *in vivo* » et prévenir d'un vieillissement prématuré en communiquant des informations vitales au BMS. Toutefois, il est difficile de savoir ce que peut détecter un capteur ultrasons dans une batterie mais aussi s'ils peuvent déterminer/reconnaitre l'état de vieillissement d'une batterie et surtout si les résultats obtenus peuvent être reliés à des évolutions structurales ou morphologiques.

Dès lors, l'objectif de l'étude est de corréler l'analyse des signaux ultrasons avec des mesures en diffraction des rayons X au synchrotron (ligne BM02 à l'ESRF) en mode *operando* en fonction de l'électrochimie.

Pour ce faire, une cellule commerciale composée de multiples électrodes de $\text{LiNi}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$ (NMC 622) versus graphite (*Z-stacking*) a été équipée d'un émetteur-récepteur ultrason (Figure 1). Des diffractogrammes de rayons X sont alors acquis à plusieurs vitesses de cyclage mais aussi pendant des périodes de relaxation. Le but étant de corréler les évolutions structurales en fonction de la vitesse de charge/décharge et en fonction du signal des ultrasons.

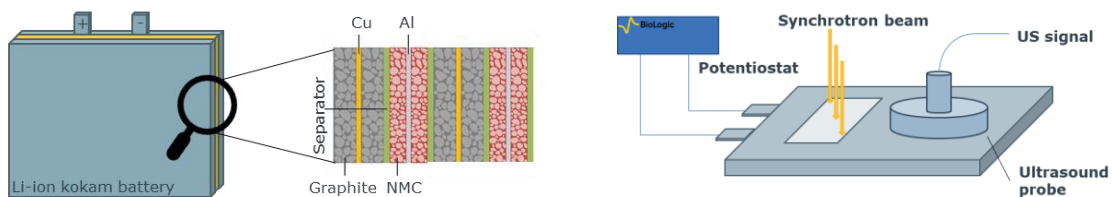


Figure 1 : Présentation de la cellule et de l'instrumentation utilisées pour les mesures

Après nous être assurés qu'il n'y a pas de *beam damage* sur l'échantillon, nous avons pu suivre l'évolution de la position des deux principales réflexions des matériaux : la (003) du NMC et la (002) du graphite et ce, en fonction du taux de lithiation (SOC) (Figure 2a).

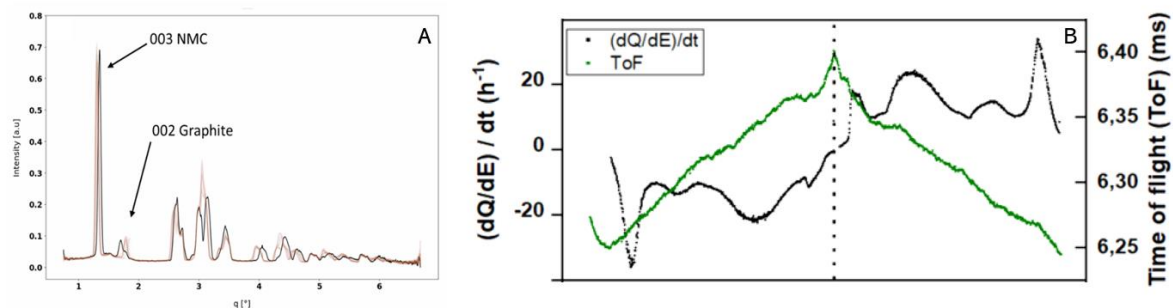


Figure 2 : a) Diffractogramme des rayons X acquis sur la cellule complète ; b) Corrélation entre le signal électrochimique (dérivée de la courbe galvanostatique) et le signal ultrason.

Ainsi, en reportant sur un même graphique la dérivée de la courbe d'électrochimie, le temps de vol (*Time of Flight*, ToF) des ultrasons (Figure 2b) et la position des pics de diffraction du graphite et de la NMC⁶⁻⁷, il est possible de faire apparaître des corrélations entre évolutions structurales et modifications des propriétés acoustiques des matériaux.

La suite de l'étude aura alors pour objectif d'une part de comprendre ces variations puis d'évaluer comment cette signature US peut être influencée par les propriétés de cyclage.

- (1) W. Zhou, *et al. Machines*. 10, 7, (2022)
- (2) D. Atkins, *et al., Adv. Energy Mater.* 12, (2022)
- (3) C. Villeveille, *et al. J. Mater. Chem. A*, 2, (2014)
- (4) J. Richard, *et al. Biomed. Opt. Express* 6, (2015)
- (5) A. Juengert, *et al., AIP Conference Proceedings* 1949, (2018)
- (6) Q. Liu, *et al. J. Phys. Chem. Lett.* 9, 18, (2018)
- (7) C. Quilty, *et al. J. Phys. Chem. C* 124,15, (2020)