

ケミカルインピーダンスアナライザ IM3590

北沢 正美*1

要 旨

ケミカルインピーダンスアナライザIM3590は電池などの電気化学の分野だけでなく、回路素子部品の分野でも使用でき、さらに研究開発から生産ラインまでの幅広い分野で使用できる高速かつ高精度なインピーダンスアナライザである。ここに、製品の機能、特長、構成などについて解説する。

1. はじめに

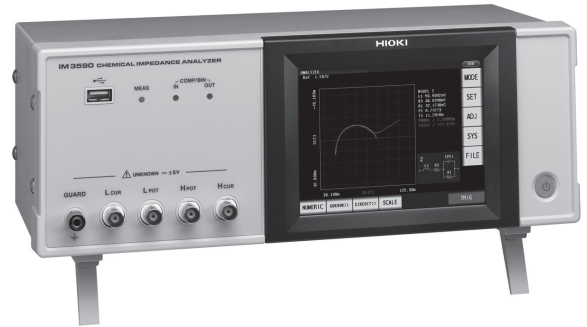
近年のリチウムイオン電池に代表される二次電池や燃料電池の進展は目覚しく、将来の新技术としての期待が大きい。これら電池は電気化学反応を伴うため分析・解析技術が不可欠な分野である。そこで、この研究開発の要求に応えるべく、ケミカルインピーダンスアナライザ IM3590 を開発した。

2. 概要

近年、電池などの電気化学系の材料や部品の進展は目覚しく、高性能化・高信頼性が求められている。これら電気化学系の材料や部品では、イオンの挙動を測定するために低周波数によるインピーダンス測定が必要とされる。そこで低周波数でのインピーダンスを高精度で測定できる IM3590 を開発した。

IM3590 は、測定周波数 1 mHz～200 kHz、測定時間 2 ms(代表値)の高性能・多機能を実現した測定器で、一次電池・二次電池・燃料電池および電気二重層コンデンサの材料や部品などの電気化学分野を主なターゲットとしている。電池測定機能を搭載し、最大 5 V までの電池のインピーダンス特性を無負荷状態で測定できる。従来製品の LCR ハイテスタ 3522-50 より低インピーダンス測定時の繰り返し精度を 30 倍以上改善し、安定した測定を実現した。Cole-Cole プロットなどさまざまなグラフ表示が可能であり、電気化学分野の等価回路解析機能を搭載しているため、材料開発などの研究分野に最適である。

IM3590 は電気化学の分野だけでなく、回路素子部品の等価回路解析も可能で、さらに LCR 測定機能も充実しているため、研究開発から生産ラインまでの幅広い分野で使用できる製品である。



IM3590 の外観

3. 特長

IM3590 の特長は次のとおりである。

(1) 広範囲な測定周波数, レベル

電池などの電気化学系の材料や部品は低周波数によるインピーダンス測定が必要とされており、IM3590 は周波数 1 mHz の測定が可能である。測定周波数 1 mHz～200 kHz、測定レベル 5 mV～5 V と測定条件を広範囲に可変することができる。測定試料の実際の動作条件に近い状態での測定、評価が可能である。

(2) 電気化学分野の等価回路解析機能を搭載

電気化学系の材料や部品の特性を評価する際に必要な等価回路モデルを 4 種類搭載している。周波数を連続的に変化させて得られた測定値を 4 種類のモデルから使い分けて解析することで、電荷移動抵抗や電気二重層容量などの各種パラメータ成分を推定することができる。

(3) 電池測定機能

5 V までの電池について、自動的に電池電圧を測定し、同じ電圧を DC バイアスとして重畳することで、電池の無負荷状態でのインピーダンス特性を簡単に

*1 技術部 技術2課

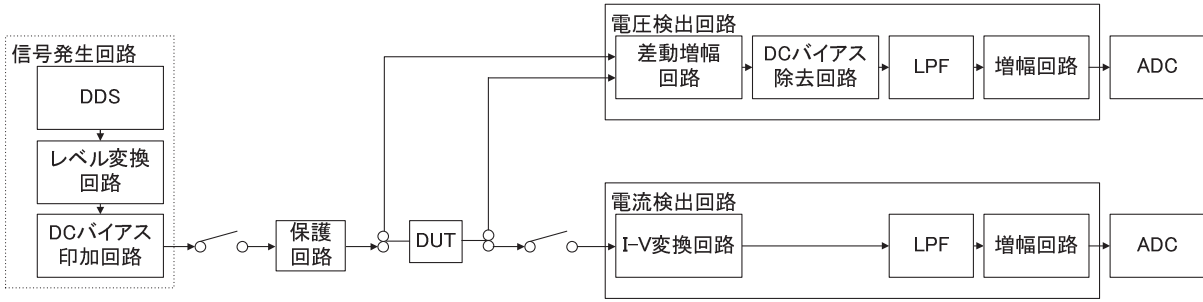


図1 アナログ回路のブロック図

測定することができる。また、従来製品の 3522-50 より低インピーダンス測定時の繰り返し精度が 30 倍以上改善されており、安定した測定が可能である。

(4) さまざまなグラフ表示

インピーダンスを測定する際の一つの表示方法である Cole-Cole プロットによるグラフ表示が可能である。Cole-Cole プロットによりインピーダンススペクトルの特徴を視覚的に捉えることができる。また、周波数特性グラフ、レベル特性グラフだけでなく、IM3590 は温度測定が可能であり、横軸を温度とした温度特性のグラフも表示できる。

(5) 回路素子の等価回路モデルも搭載

コイルやコンデンサなどの回路素子の等価回路モデルも 5 種類搭載しており、回路素子部品の等価回路解析も可能である。

(6) 充実の LCR 測定機能

誘電率 ϵ や導電率 σ を含む 18 種類の測定項目を搭載しており、使用者のニーズに応じた測定が可能である。また、連続測定機能、コンタクトチェック機能、コンパレータ機能、BIN 機能、温度補正機能付き DCR 測定、内部 DC バイアス機能、測定値のメモリ機能など搭載し、LCR メータとしても使用可能である。

(7) インタフェース

USB が標準装備、RS-232C、LAN、GP-IB インタフェースはオプションでいずれか一つを選択できる。

4. 構成

4.1 アナログ回路

図 1 にアナログ回路のブロック図を示す。

IM3590 のアナログ回路の基本構成は IM3523/IM3533/IM3533-01 の項(p. 12)を参照。

IM3590 では、DC バイアス電圧の印加回路および除去回路を IM3523/IM3533/IM3533-01 と比較して低ノイズ化し、DC バイアス電圧測定時の繰り返し精度を向上している。これにより、電池の内部インピーダンス測定が繰り返し精度良く測定可能である。

4.2 デジタル回路

IM3590 のデジタル回路の基本構成は IM3523/IM3533/IM3533-01 の項(p. 13)を参照。

5. 性能・機能

5.1 電池の内部インピーダンス測定

電池の内部インピーダンス測定では、電荷移動抵抗を求めるために低周波数での測定が必要である。一般的に電池電圧を除去する手段としてコンデンサでカップリングするが、コンデンサを使用すると低周波数測定は困難となる。そこで、従来製品の 3522-50 では電池電圧が重畳された状態のまま A/D 変換し、ソフトウェアで電池電圧を除去することで、低周波数測定を実現している。そのため 3522-50 は低インピーダンスを測定したときに測定信号を A/D コンバータ(ADC)の最適な入力範囲まで増幅することができず、繰り返し精度が悪化する。

IM3590 の電池測定モードでは、測定した電池電圧と同じ電圧を DC バイアス印加回路から重畳することで電池を無負荷状態にしている。さらに、電圧検出回路では電池電圧を DC バイアス除去回路で除去後、交流信号のみを増幅し ADC へ入力している。これにより、測定周波数 1 mHz~200 kHz の範囲で繰り返し精度の良い電池の内部インピーダンス測定を実現している。誤接続や誤設定による本器の故障を防ぐため、過電流を検出する保護回路を搭載している(図 1)。なお、測定回路の低ノイズ化により従来製品の 3522-50 と比較して大幅に繰り返し精度を改善している。図 2 は電池の内部インピーダンスを測定す

るモードで $100\text{ m}\Omega$ を測定した結果であるが、従来製品と比較して繰り返し精度が改善されている。また、IM3523/IM3533/IM3533-01と比較すると電解コンデンサの DC バイアス時の繰り返し精度が向上している(図 3)。

5.2 等価回路解析

コイルやコンデンサなどの回路素子を構成する各要素の値を算出することが可能である。さらに IM3590 では、電気化学分野(主に電池)における詳細な回路解析が可能となり、図 4 のような解析結果を得ることができる。

5.3 回路モデル

従来製品のインピーダンスアナライザ IM3570 のオプションである等価回路解析ソフト IM9000 は 5 種類の回路素子用等価回路モデルを用いて等価回路解析を行うことができる。IM3590 ではこれら回路素子用モデルに加え、図 5 に示す 4 種類の電気化学用等価回路モデルに対して解析を行うことができる。

5.4 解析アルゴリズム

IM3590 におけるモデル 1, 2, 3, 4 の解析アルゴリズムは、交流インピーダンス法を用いて等価回路モデルを構成する未知の要素の値を算出している。これは電池電圧と同じ DC 電圧を交流信号に重畳して、電池を無負荷状態にし、周波数を可変したときのインピーダンス Z と位相角 θ を用いて各パラメータを推定する手法である。解析を行うにあたり横軸に R (実効抵抗)、縦軸に X (リアクタンス) をプロットする Cole-Cole プロット表示でインピーダンススペクトルを表記している。

図 6 に一般的な電気化学セルの内部構造を示す。モデル 1, 2 を構成する L_1 , C_1 (または CPE_1), R_1 , R_s を算出する際には、以下のデータを用いている。

- (1) 実測した容量性半円に最も近似する円の中心座標(C_x , C_y)と半径 r
- (2) 近似した円と Cole-Cole プロット上の実軸との交点
- (3) 実測した測定値における X が極小となる周波数
- (4) 測定した周波数特性の中で最も高い周波数における X 値

また、モデル 3, 4 を構成する C_1 (または CPE_1), C_2 (または CPE_2), R_1 , R_2 は近似する円の算出を高周

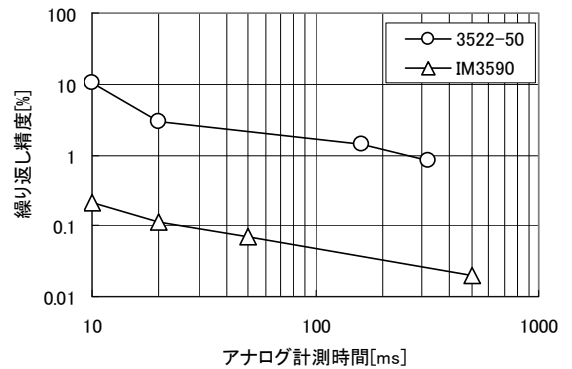


図 2 電池測定モードでの繰り返し精度比較 (100 Hz, 100 mΩ)

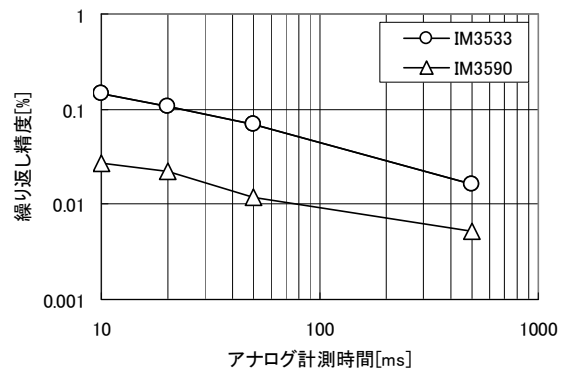


図 3 DC バイアス重畳時の繰り返し精度比較 (120 Hz, 2200 μF)

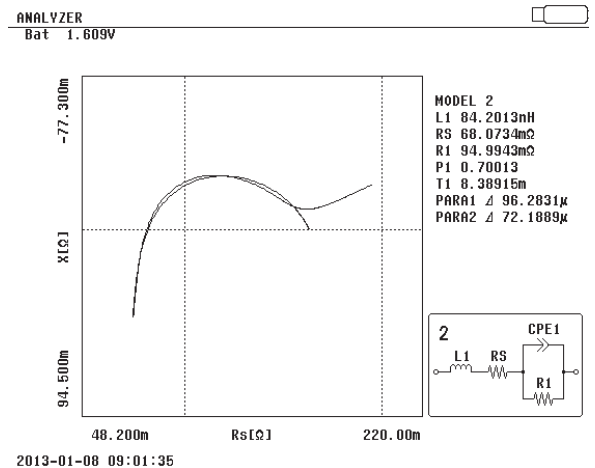


図 4 解析結果

波側と低周波側で行い、(2), (3)のデータをそれぞれ用い、各パラメータを算出している。

なお、CPE(Constant Phase Element)は位相が周波数によらず一定となる定相要素であり、測定結果を複素平面上にプロットした際に、実軸方向につぶれた軌跡を示す場合に用いるパラメータである。

ケミカルインピーダンスアナライザ IM3590

CPE のインピーダンス Z_{CPE} は定数 T と指数 p で式(1)のように表すことができる。

$$Z_{CPE} = \frac{1}{(j\omega)^p T} \quad (0 \leq p \leq 1) \dots\dots\dots(1)$$

具体的な算出手順としてモデル 2 を例に説明する。

- (a) インピーダンス Z と位相 θ の周波数特性を測定
- (b) 実効抵抗 R , リアクタンス X を $Z-\theta$ 特性から算出
- (c) 解析を行う測定エリアにおける測定点に対し, 最小二乗法を用いて円を推定し, 半径 r , 円の中心 (C_x, C_y) を算出
- (d) 近似した円と Cole-Cole プロット上の実軸との交点から R_s, R_1 を算出
- (e) (c), (d) で求められた値を元に CPE の指数部 p を算出
- (f) 解析を行うエリアにおいてリアクタンス X が極小となる測定点を探索し, その値を得たときの周波数 f を取得
- (g) (c)~(f) で求められた値を元に CPE の定数 T を算出

L_1 の解析アルゴリズムは「5.5 インダクタンス L 成分の算出アルゴリズム」で述べる。

5.5 インダクタンス L 成分の算出アルゴリズム

インダクタンス成分 L は下記の手順で算出している。

- (h) 高周波領域の実測値 X において, 容量成分よりもインダクタンス成分による影響が大きいと仮定し, 取得した周波数特性の中で最も高い周波数 f_m を用いて, $X=2\pi f_m L_1$ と見なすことで L_1 を算出
- (i) 実測値 X における L_1 の影響を除去 ($X' = X - 2\pi f_m L_1$)
- (j) X' を用いて(c)から(g)の処理を行い, R_s, R_1, CPE_1 を算出
- (k) 繰り返し回数が設定値以下の場合は, R_s, R_1, CPE_1, f_m から L_1 を算出し, (i)と(j)を繰り返す

(h)における仮定による誤差を減らすために L_1 の算出を複数回行うことで, 等価回路モデルを構成するすべてのパラメータにおける解析精度を向上させることができる。

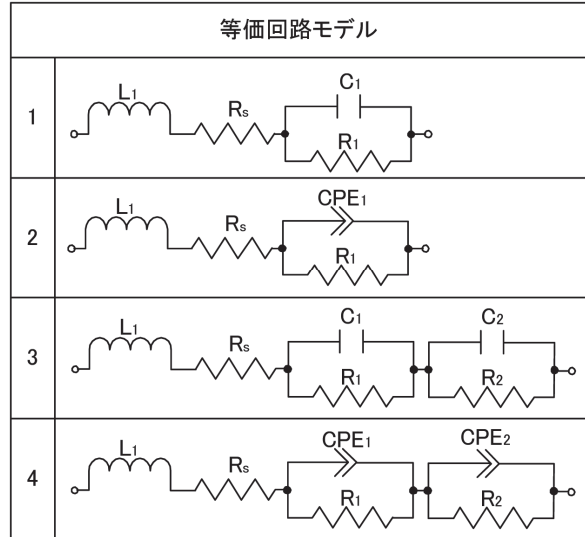


図 5 等価回路モデル

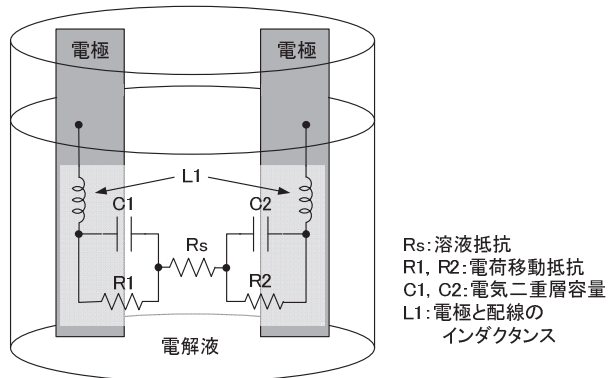


図 6 一般的な電気化学セルの内部構造

5.6 温度測定

従来製品の 3522-50 と異なり, IM3590 はオプションのシース形温度プローブ 9478 を使用することで, 温度測定が可能である。そのため, 電気化学系の材料や部品などの温度特性を測定することが可能である。一例として, 図 7, 図 8 に高誘電率系のセラミックコンデンサの温度特性を示す。図 7 はグラフ表示の一つである X-Y 表示であり, 横軸を温度, 縦軸を静電容量に設定することで, セラミックコンデンサの温度特性を確認することが可能である。図 8 はタイムインターバル測定であり, 温度と静電容量の時間的変化を確認することが可能である。

6. おわりに

IM3590 は高速, 高精度を実現した電気化学分野から回路素子部品分野まで使用できるインピーダン

スアナライザである。生産ラインから研究開発まで幅広い分野で使用されることを期待する。

山口 力*2, 鎌田 康良*2, 田中 秀明*2

参考文献

- 1) 板垣昌幸:電気化学インピーダンス法, p1-163, 丸善株式会社, (2008)

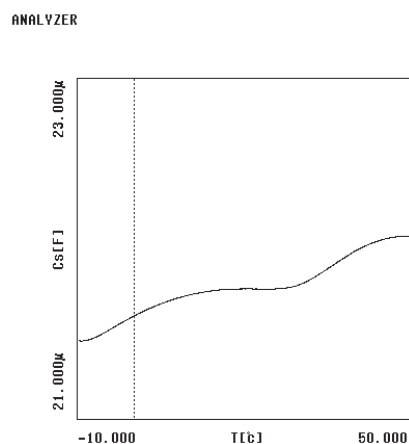


図7 セラミックコンデンサ容量値
温度特性グラフ(X-Y表示)

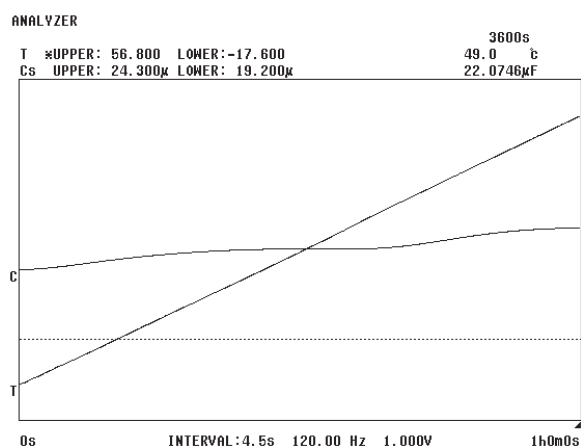


図8 セラミックコンデンサ容量値
温度特性グラフ(経時変化)

*2 技術部 技術2課