



Un nuevo estudio revela cómo la luz de sincrotrón afecta a los materiales de baterías durante el análisis en tiempo real

Un estudio multicéntrico realizado por investigadores del Sincrotrón ALBA, ICMAB-CSIC, CIC energiGUNE y BRTA ha descubierto efectos críticos inducidos por el haz en materiales de baterías estudiados con luz de sincrotrón. El equipo demostró que, durante estudios de caracterización, la radiación de rayos X puede inhibir la actividad electroquímica en electrodos de baterías de iones de litio comunes. El estudio identifica umbrales de dosis de radiación y propone nuevas estrategias para mitigar los efectos inducidos por el haz, a fin de garantizar una caracterización *operando* de las baterías más precisa.

El almacenamiento eficiente de energía es crucial para lograr un futuro de energía limpia, ya que las baterías a gran escala permitirán almacenar y distribuir fuentes de energía renovable como la solar y la eólica. Los esfuerzos globales para optimizar el rendimiento de las baterías incluyen el desarrollo de nuevos materiales, que a menudo se caracterizan mediante técnicas *operando* basadas en luz sincrotrón. Estas mediciones en tiempo real examinan el rendimiento de la batería mientras se carga y descarga. Sin embargo, el posible impacto de los haces de rayos X de alta intensidad sobre los materiales en estudio no se había entendido en profundidad hasta ahora, lo que generaba preocupación sobre la precisión de los resultados obtenidos con estas poderosas técnicas.

Un nuevo estudio, publicado en *Chemistry of Materials*, arroja luz sobre este tema al investigar sistemáticamente cómo la radiación de sincrotrón afecta a dos materiales de electrodos de baterías basados en litio muy utilizados: $\text{LiNi}_{0.33}\text{Mn}_{0.33}\text{Co}_{0.33}\text{O}_2$ (NMC111) and LiFePO_4 (LFP). La investigación revela que, en estos experimentos, los haces de rayos X producidos en instalaciones de sincrotrón pueden alterar la actividad electroquímica de estos materiales y, en casos extremos, esto podría llevar a conclusiones incorrectas sobre el rendimiento de los mismos.

Un equipo del Instituto de Ciencia de Materiales de Barcelona (ICMAB-CSIC), del Centro de Investigación Cooperativa en Energías Alternativas (CIC energiGUNE), del Basque Research and Technology Alliance (BRTA) y del Sincrotrón ALBA colaboraron para estudiar el comportamiento electroquímico de NMC111 y LFP —dos componentes clave de las baterías comerciales de iones de litio— bajo radiación de rayos X. Utilizando la difracción de rayos X (XRD) y la espectroscopía de absorción de rayos X (XAS) en las líneas de luz MSPD y NOTOS de ALBA, observaron cómo los materiales reaccionaban a diferentes intensidades de radiación durante los ciclos de carga y descarga.



Los resultados mostraron que a dosis altas, la radiación de sincrotrón causaba una inhibición de la reactividad electroquímica en las áreas irradiadas. En otras palabras, el haz de rayos X interfería con el funcionamiento normal del material de la batería, ralentizando o deteniendo las reacciones químicas esperadas. Se descubrió que los efectos dependían de la dosis, siendo las dosis más altas las que provocaban una inhibición más significativa. Lo importante es que el estudio demostró que estos efectos eran reversibles. Una vez que el haz se movía a otra área o se reducía la intensidad de la radiación, los materiales volvían a su actividad normal. Esto sugiere que los materiales no sufrían daños permanentes por el haz, sino que su actividad se “pausaba” temporalmente debido a la exposición a los rayos X.

Estos hallazgos corroboran en mediciones *operando* con luz de sincrotrón los esperados efectos inducidos por el haz. No obstante, esta investigación sistemática también ha permitido al grupo de investigación proponer varias estrategias para mitigarlos. Por ejemplo, reducir la intensidad del haz de sincrotrón utilizando atenuadores, como láminas de aluminio, para disminuir el flujo de fotones que alcanza la muestra. También descubrieron que los electrodos de baterías más delgados eran menos afectados por el haz, lo que sugiere que el grosor de los materiales estudiados influye en su tolerancia a la radiación. Además, observaron que controlar el tiempo de exposición e introducir períodos de descanso entre las mediciones podría ayudar a prevenir la acumulación de efectos del haz.

Este estudio, el primero en utilizar la línea de luz NOTOS para avanzar en la investigación de baterías, no solo proporcionó el primer análisis sistemático de los efectos inducidos por el haz de luz de sincrotrón en el estudio de materiales en condiciones de trabajo reales, sino que también tiene implicaciones más amplias para mejorar la precisión de las técnicas de caracterización basadas en sincrotrón en muchos campos de la ciencia de materiales. A medida que los científicos trabajan para desarrollar nuevos materiales de baterías más eficientes, especialmente para aplicaciones como vehículos eléctricos y almacenamiento de energía renovable, los especialistas en sincrotrón de todo el mundo seguirán refinando las técnicas de rayos X de alta brillantez para proporcionar datos precisos y en tiempo real que permitan comprender los complejos procesos químicos que ocurren durante el funcionamiento de las baterías.

“El uso de la luz de sincrotrón permite observar procesos complejos y dinámicos, lo que la convierte en una herramienta esencial para el avance de la investigación en baterías. El potencial de las técnicas *operando* de XAS y XRD basadas en sincrotrón para caracterizar los materiales de las baterías durante los ciclos, y así obtener una mejor comprensión de los procesos electroquímicos en curso, está atrayendo un interés creciente por parte de la comunidad científica. Sin embargo, al realizar experimentos con luz de sincrotrón, es necesario considerar los posibles efectos inducidos por el haz, que pueden conducir a resultados erróneos. Detectar

estos efectos y desarrollar estrategias de mitigación para minimizarlos es crucial", dice Carlos Escudero, científico de línea en la línea de luz NOTOS y uno de los autores de este trabajo.

Artículo de referencia:

Beam Effects in Synchrotron Radiation Operando Characterization of Battery Materials: X- Ray Diffraction and Absorption Study of $\text{LiNi}_{0.33}\text{Mn}_{0.33}\text{Co}_{0.33}\text{O}_2$ and LiFePO_4 Electrodes. Chem. Mater. 2024, 36, 5596–5610 (<https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/acs.chemmater.4c00597>)

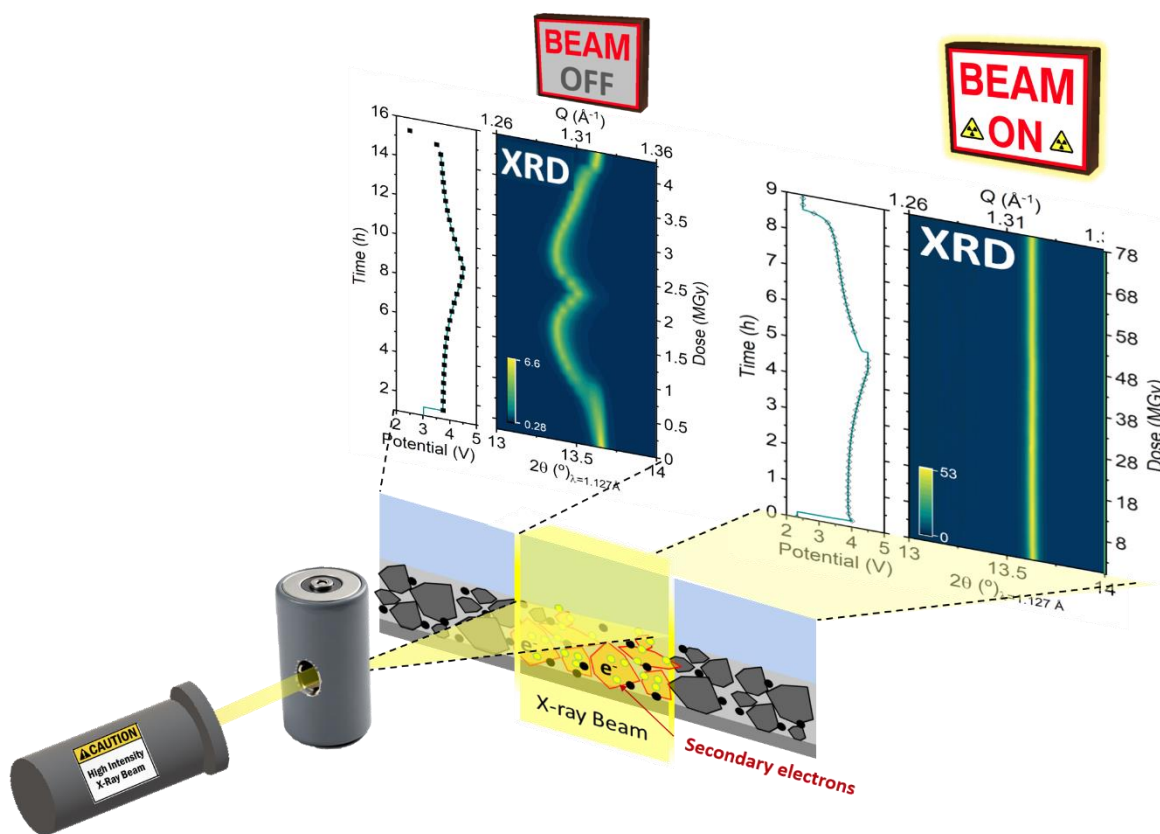


Figura. Representación esquemática de la interacción entre un haz de rayos X y el material analizado durante las mediciones *operando* de XRD/XAS, que ilustra una supresión completa de la actividad electroquímica en el área expuesta debido a una alta dosis de radiación.