

リチウムイオン電池 / 電極材料の分析

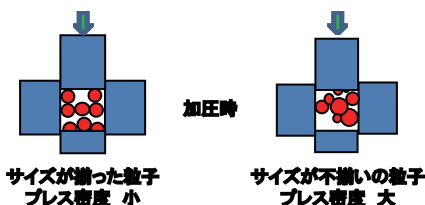
電極材料の抵抗率測定

粉体抵抗は粉体の材質だけでなく、粒子間抵抗によっても変化します。この粒子間抵抗は粒子形状、粒子サイズ、粒径分布に依存します。一方、粉体加圧時の密度変化（プレス密度と定義する）は粉体の充填性の尺度となり、粒子形状、粒子サイズ、粒径分布に依存しますが、さらに粉体の材質や表面状態の影響も受けることから、プレス密度測定は粉体の充填性を調べる重要な解析手法と考えられます。つまり、正極材を圧縮した時の体積抵抗率とプレス密度を同時に測ることで、従来得られなかった正極材の物理的・電気的な情報が得られるようになりました。これにより、新しい正極材の研究や、より高性能な電池の開発が促進されます。



自動粉体抵抗測定システムPD-600

粉体の圧縮状態のイメージ （粒径分布が異なる場合）



MCP-PD600 で粉体の総合的な 物性解析が可能

●粉体の抵抗 ∝ 粉体バルクの抵抗 + 粉体粒子間の抵抗

材質により変わる

粒子形状
粒子サイズ
粒径分布
により変わる

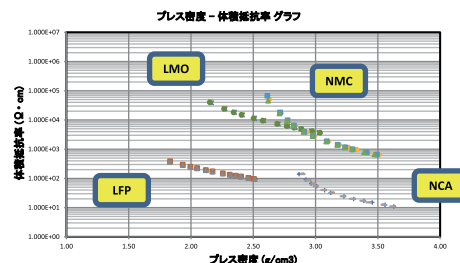
●粉体のプレス密度 ∝ 粒子構造・形状 + 粒子の流動性

粒子形状
粒子サイズ
粒径分布
により変わる

材質・表面状態
により変わる

従来はそれぞれの項目を個別に測定
MCP-PD600では、体積抵抗率とプレス密度を同時に測ることで
粉体の材質と形状・構造因子を同時に総合的に解析出来る

プレス密度と体積抵抗率の関係 （高圧カプロープ）



電極材料や電解液中の水分の定量

リチウムイオン電池の性能には水分量も大きく影響します。水分は電解質の機能を低下させ、電極の酸化を促進し、ふっ化水素などの有害物質を生成します。これにより、バッテリーの容量や寿命が低下し、電極材料の破損や正極材料の劣化、熱暴走のリスクが高まります。したがって、バッテリー内の水分はできるだけ少なくする必要があります。

電解質溶液中の水分測定

異なる条件で保存したLiPF6溶液の水分量をCA-310で測定しました。試料Aは冷蔵保存で9 μg/g、試料Bは大気暴露で40 μg/gとなり、吸湿により水分量とバラツキが増加しました。

試料	採取量 g	水分量 μg	水分量 μg/g	平均 μg/g	RSD %
試料 A	4.6452	43.8	9.4	9	0.48
	4.8828	46.2	9.5		
	5.0638	48.2	9.5		
試料 B	1.5254	62.0	40.6	40	2.36
	1.4872	61.0	41.0		
	1.7468	68.5	39.2		

CA-310により測定した電解質溶液中の水分量

正極電極シート中の水分測定

グローブバッグ内で NMC 系正極電極シートを切断し、バイアル瓶に封入。自動水分気化装置で180℃まで加熱し、CA-310で水分量を測定。結果は156 μg/g、RSD2.8%と安定していました。

試料	採取量 g	水分量 μg	水分量 μg/g	平均 μg/g	RSD %
NMC (1:1:1)	0.5664	96.5	158	156	2.8
	0.5473	90.3	152		
	0.4435	74.3	151		
	0.5769	99.0	159		
	0.5835	101.2	161		

CA-310により測定した NMC 系正極電極シート中の水分量

ハロゲンおよび硫黄の定量

電池材料の品質を確保するためには、ハロゲンとふっ素の含有量を測定することが重要です。これらはバッテリーの寿命や安全性に影響を与えるため、定期的なチェックが必要です。

燃焼 - イオンクロマトグラフィー（CIC）による不純物の測定

硫酸ニッケル中のハロゲン不純物を定量するため、CIC でハロゲン標準液を測定し検量線を作成しました。高純度硫酸ニッケルの液体試料と粉末試料を測定し、イオンクロマトグラフで低濃度成分を分析しました。

NMC 電極材料中のふっ素および塩素含有量

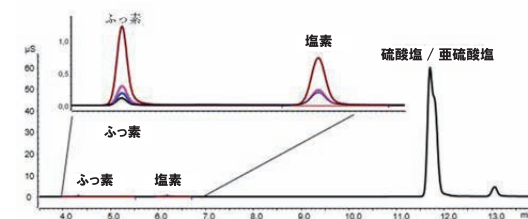
NMC（NMC 組成 1:1:1）の粉末材料と市販の正極電極シートから回収した PVDF バインダーを含む NMC 材料の分析を行いました。粉末の測定結果に関しては、塩素が地球上で存在量の多い元素であり混入しやすいため、塩素含有量は通常大きなばらつきを示しますが、一桁 mg/kg であっても良好な繰り返し再現性が得られました。

AQF-2100H とイオンクロマトグラフにより測定した NMC 電極粉末のふっ素と塩素含有量

試料	採取量 mg	F 含有量 mg/kg	Cl 含有量 mg/kg
NMC111 粉末	20.13	83	5.1
	20.38	86	5.4
	20.35	84	6.3
平均		84	5.6
RSD		1.9%	10.5%

AQF-2100H とイオンクロマトグラフにより測定した NMC 電極シートのふっ素と PVDF 含有量

試料	採取量 mg	F 含有量 mg/kg	PVDF 含有量 %
NMC111 シート	5.09	29600	4.99
	5.41	29400	4.95
	5.32	29300	4.93
平均		29400	4.96
RSD		0.5%	0.5%



硫黄濃度が極端に高く、ふっ素および塩素の含有量がごく少量である硫酸ニッケルのクロマトグラム



自動試料燃焼装置AQF-5000H