

ユーザーベネフィット

- ◆ 目的とする電池性能の実現や、品質に寄与する電池材料の粉体物性(比表面積・粒子密度)を測定できます。
- ◆ 負極材料の核材に被覆処理をしたことによる比表面積・粒子密度の変化を把握できます。

■はじめに

リチウムイオン電池(LiB)は正極と負極をリチウムイオンが移動することで充電・放電を行う二次電池です。近年、スマートフォンや自動車などで幅広く使用されており、高容量化、長寿命化、低コスト化、安全性向上に向けた研究が盛んに行われています。電池の主な材料は、正極、負極、セパレーター、電解液に分けられます。構成材料の中には粉体物性(粒子径、粒子形状、密度、比表面積、細孔分布など)が電池性能に寄与するものもあるため、各物性値の最適化が図られています。

本報では、比表面積/細孔分布測定装置および乾式自動密度計によるリチウムイオン電池の負極材料の評価事例をご紹介します。本報とは別に、粒子径分布や粒子形状の評価も行いました。分析条件や結果の詳細はアプリケーションニュース「リチウムイオン電池用負極材料の粉体物性評価-粒子径分布・粒子形状-」をご確認ください。

■試料

本報では株式会社ダイネンマテリアル様から試料を提供いただき、負極材料である5種類の天然球状黒鉛の評価を行いました。表1に本報で使用した試料に関する詳細情報を示します。A-2、B-2はそれぞれA-1、B-1の炭素被覆品です。

表1 試料情報

試料名	商品名	被覆	特徴	用途例	粒子径
A-1	DG10-095	-	出力重視	HV	10~11 μm
A-2	DG-B10M1	あり	-	-	
B-1	DG15-097	-	バランス重視	EV	15~16 μm
B-2	DG-B15M1	あり	-	-	
C-1	DG22-098	-	効率(寿命)重視	ゲーム機	22~23 μm



図1 乾式自動密度計アキュピック II 1345

■測定装置および測定条件(粒子密度)

粒子密度の測定は乾式自動密度計アキュピック II 1345 (図1)を使用しました。測定条件を表2に示します。

表2 測定条件

装置	: 乾式自動密度計アキュピック II 1345-10 cc
試料セル	: 10 cc
測定ガス	: 窒素
導入圧(パージ)	: 130 kPaG (10回)
導入圧(ラン)	: 130 kPaG (10回)
圧力平衡判定値	: 0.05 kPaG/min

■測定結果(粒子密度)

アキュピックで測定した結果を表3、図2に示します。A-1よりもA-2の方が粒子密度が小さく、被覆処理により粒子密度が減少することがわかります。B-1、B-2でも同様に被覆により粒子密度が減少する傾向が確認できます。核材と被覆材の粒子密度が異なるため、被覆により粒子密度が変化していると考えられます。核材と被覆材それぞれ単体の粒子密度が分かる場合、この被覆による粒子密度の変化を利用すれば、被覆量を計算できると考えられます。

表3 粒子密度の測定結果

試料名	A-1	A-2	B-1	B-2	C-1
粒子密度 (g/cm ³)	2.3856	2.3058	2.3493	2.2777	2.3421
質量 (g)	8.0542	9.1766	7.6172	8.3827	2.8512
体積 (cm ³)	3.3762	3.9798	3.2423	3.6804	1.2174

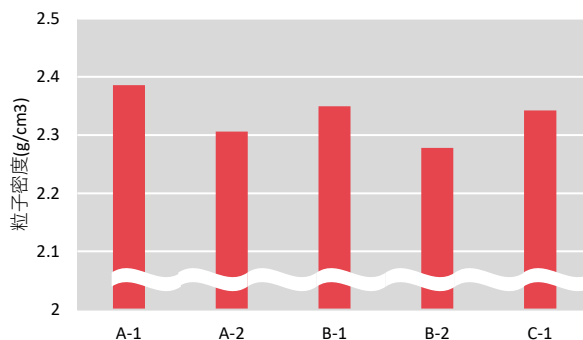


図2 粒子密度の測定結果

■ 測定装置および測定条件（比表面積）

比表面積の測定は自動比表面積/細孔分布測定装置トライスターII Plus 3030（図3）を使用しました。測定条件を表4に示します。



図3 自動比表面積/細孔分布測定装置トライスターII Plus 3030

■ 測定結果（比表面積）

トライスターを用いて測定した吸脱着等温線を図4に、比表面積の結果を表5に示します。A-1よりもA-2の方が被覆処理により比表面積が小さくなっており、B-1、B-2でも同様の傾向が認められます。

また、被覆の無いA-1、B-1およびC-1を比較すると、A-1、B-1、C-1の順に比表面積が小さくなりました。これは一般的に粒子径が大きいほど比表面積が小さくなるためであると考えられます。

表4 比表面積の測定条件

装置	: 自動比表面積/細孔分布測定装置トライスターII Plus 3030
吸着ガス	: 窒素
冷媒	: 液体窒素
前処理	: 200℃・2時間加熱・真空排気

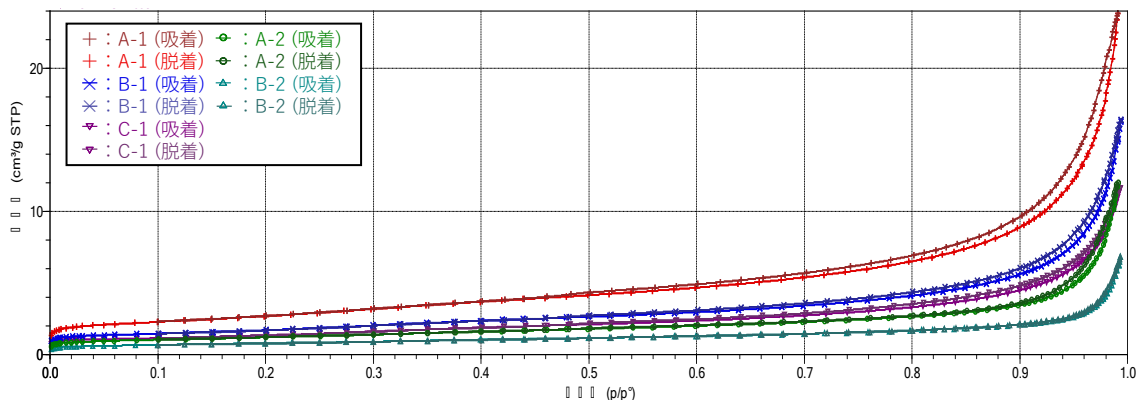


図4 吸脱着等温線
表6 負極材料の測定結果

試料名	A-1 (DG10-095)	A-2 (DG-B10M1)	B-1 (DG15-097)	B-2 (DG-B15M1)	C-1 (DG22-098)
メディアン径(μm)	10.174	12.307	16.035	16.122	22.187
円形度(平均値)	0.972	0.952	0.952	0.944	0.927
比表面積(m ² /g)	9.82	4.32	6.23	2.79	4.92
粒子密度(g/cm ³)	2.3856	2.3058	2.3493	2.2777	2.3421

AccuPycおよびTriStarは、Micromeritics Instrument Corporationの商標です。

表5 トライスターでの測定結果

試料名	A-1	A-2	B-1	B-2	C-1
試料質量(g)	1.7596	2.4529	1.0336	1.9246	2.420
比表面積(m ² /g)	9.82	4.32	6.23	2.79	4.92
細孔容積 吸着側(cm ³ /g)	0.0367	0.0183	0.0252	0.0104	0.0179
測定相対圧	0.9912	0.9914	0.9941	0.9936	0.9933

■ まとめ

本報で紹介した比表面積と粒子密度の結果、ならびに別報で紹介する粒子径と円形度をまとめて表6に示します。本報では、負極材料の比表面積と粒子密度を測定できました。さらに被覆処理による比表面積、粒子密度の変化を確認できました。

本報の結果とあわせて粒子径や粒子形状を評価することで電池材料の多角的な粉体物性評価が可能です。高出力や長寿命など目的とする電池性能の実現や、電池材料の品質維持・改善への寄与が期待できます。

<関連アプリケーション>

・リチウムイオン電池用負極材料の粉体物性評価-粒子径分布・粒子形状- (01-00492-JP)

<謝辞>

試料をご提供いただいた株式会社ダイネンマテリアル様に深く感謝いたします。