

Application News

レーザー回折式粒子径分布測定装置 SALD™-2300
ダイナミック粒子画像解析システム iSpect™ DIA-10

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-

洲本 高志、小河 美紗都

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(粒子径分布・粒子形状)を簡便に評価できます。
- ◆ SALD-2300では粒子径分布を短時間で把握できます。
- ◆ iSpect DIA-10では粒子径分布に加えて粒子形状測定が可能で、粒子画像も有用な情報として活用できます。

■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、レーザー回折式粒子径分布測定装置およびダイナミック粒子画像解析システムによる負極材料の評価事例をご紹介します。本報とは別に、比表面積や粒子密度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 -比表面積・粒子密度-」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

■測定装置および測定条件

粒子径分布測定には、レーザー回折式粒子径分布測定装置 SALD-2300を使用しました(図1)。粒子形状評価にはダイナミック粒子画像解析システムiSpect DIA-10を使用しました(図2)。測定条件は表2、表3にそれぞれ示します。



図1 レーザ回折式粒子径分布測定装置SALD™-2300

表2 粒子径分布測定条件

使用装置	: レーザ回折式粒子径分布測定装置SALD-2300
使用ユニット	: 多機能サンプラ SALD-MS23
分散媒	: 純水
分散剤	: 界面活性剤(TWEEN20)
分散方法	: 循環のみ
屈折率	: 2.00-0.05i



図2 ダイナミック粒子画像解析システム
iSpect DIA™-10

表3 粒子形状評価 測定条件

使用装置	: ダイナミック画像解析システム iSpect DIA-10
分散媒	: 純水
分散剤	: 界面活性剤(TWEEN20)
分散方法	: 攪拌のみ
フレームレート	: 8 fps
撮影効率	: 97%
二値化処理値	: 110
流量	: 0.1 mL/min
測定液量	: 50 μL
測定濃度	: 0.05 wt%(C-1)、0.01 wt%(A-1・A-2・B-1・B-2)

■ 未被覆天然球状黒鉛の測定結果

炭素被覆処理を行っていない試料A-1、B-1、C-1について、SALD-2300で得られた粒子径分布測定結果を図3に示します。いずれの試料も単分散であり、粒子径の差が確認できました。また、粒子径が大きい試料ほど粒子径分布の幅が広いことも分かります。

次にiSpect DIA-10で得られた面積相当径と円形度の散布図、粒子画像の一部を図4に示します。表4に要約結果を示します。

表4 炭素被覆を行っていない試料の粒子径分布および粒子形状測定結果

	A-1	B-1	C-1
メディアン径 (μm)	10.174	16.035	22.187
平均値	0.972	0.952	0.927
円形度 標準偏差	0.037	0.044	0.051

メディアン径はSALD-2300、円形度はiSpect DIA-10による測定結果

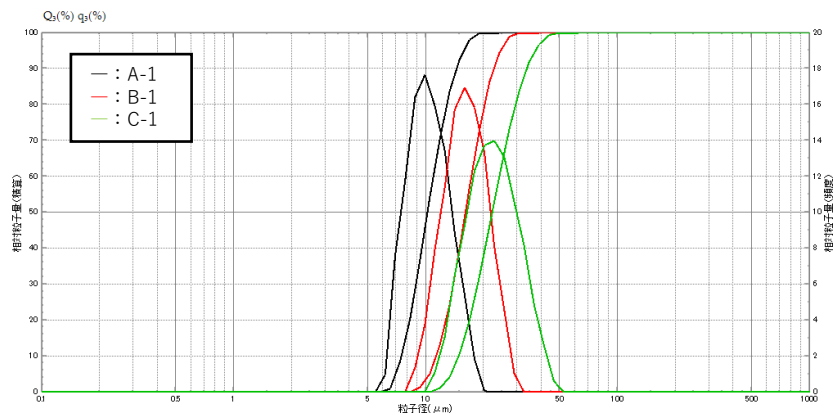
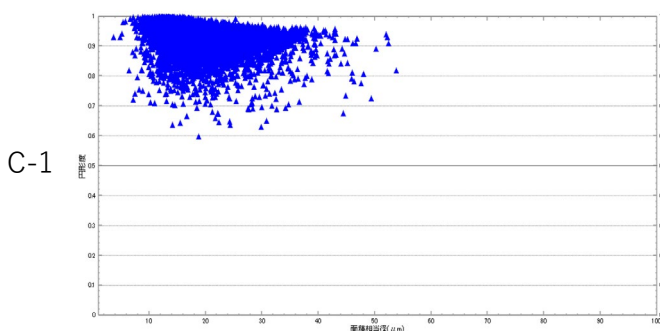
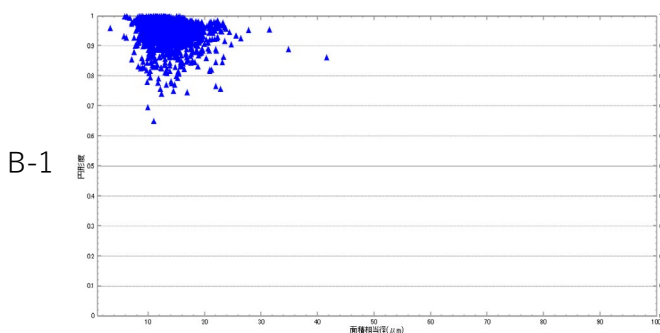
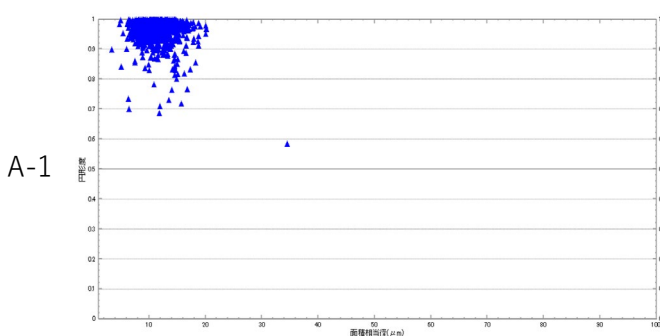


図3 SALD-2300による炭素被覆を行っていない試料の粒子径分布測定結果

面積相当径と円形度の散布図



粒子画像

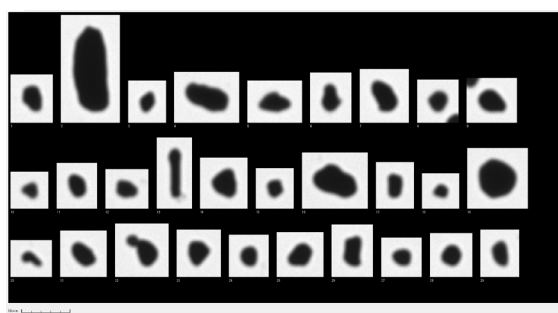
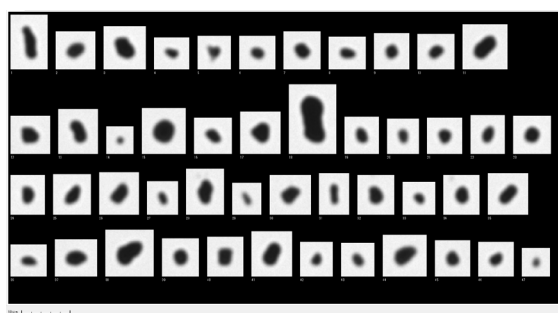
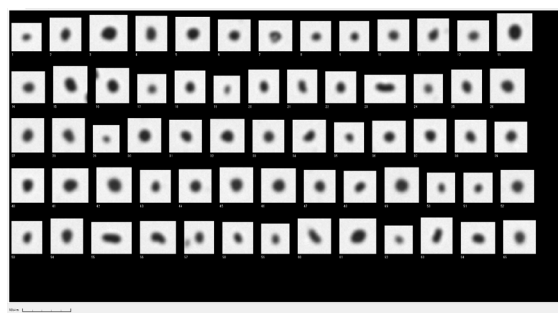


図4 iSpect DIA-10による炭素被覆を行っていない試料の粒子形状評価
左：面積相当径・円形度の散布図 右：粒子画像の一部（撮影順）

■被覆天然球状黒鉛の測定結果

炭素被覆のある試料、及びない試料で粒子径分布、および粒子形状の比較評価を行いました。

図5はSALD-2300で得られた粒子径分布測定結果です。B-1、B-2では粒子径分布にほとんど差がありませんでしたが、A-2はA-1よりも粗大粒子側へ分布が伸びました。メディア径からA-2の粒子径が大きくなったことが分かります(表5)。

図6、図7はそれぞれA-1・A-2、B-1・B-2についてiSpect DIA-10で得られた粒子形状に関する測定結果です。散布図から、A-2はA-1と比較して20 μm以上の粗大粒子の数が増加していることが確認できます。特に、円形度の低い粒子量が増えていることが分かります。

一方、B-1・B-2間にはA-1・A-2間ほど明確な差はありませんでした。粒子画像は粒子を面積相当径の大きいものから並べた一部を示しています。A-2、B-2いずれも複数の粒子が連なったような形状が観察され、被覆により造粒されていることが示唆されました。

iSpect DIA-10による測定結果の傾向は、A-1・A-2、B-1・B-2共にSALD-2300による測定結果の傾向とも一致していました。SALD-2300で見られたA-2固有の粗大粒子側の分布はiSpect DIA-10で見られた20 μm以上の粗大粒子側によるものではないかと考えられます。

表 5 炭素被覆処理前および処理後の粒子径分布・粒子形状測定結果

	A-1	A-2	B-1	B-2
メディア径 (μm)	10.174	12.307	16.035	16.122
円形度	平均値	0.972	0.952	0.944
	標準偏差	0.037	0.054	0.044

メディア径はSALD-2300、円形度はiSpect DIA-10による測定結果

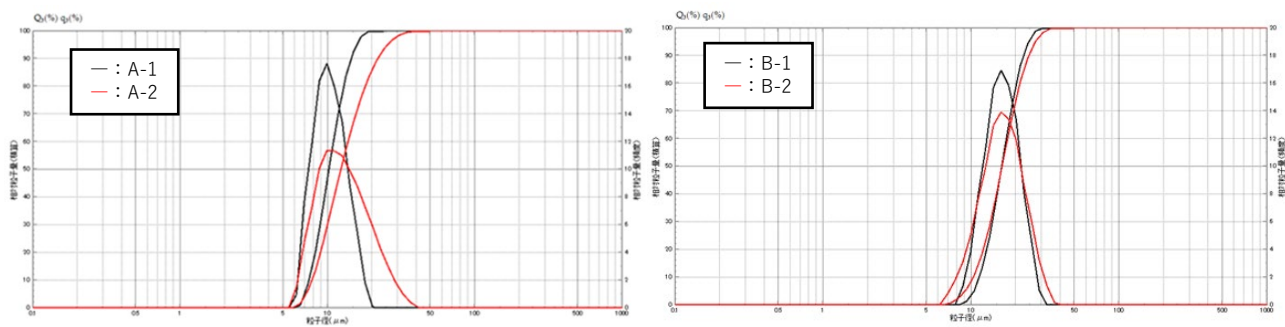
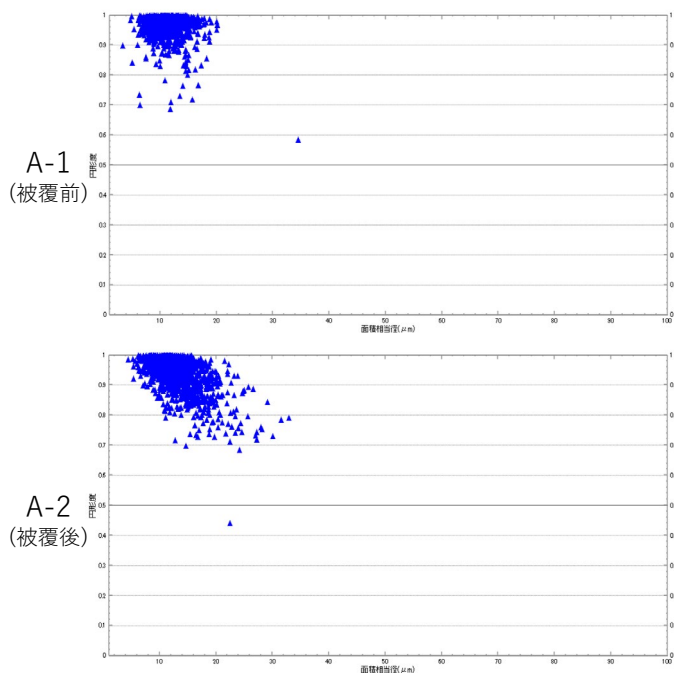


図 5 SALD-2300による炭素被覆処理前および処理後の粒子径分布測定結果

面積相当径と円形度の散布図



粒子画像

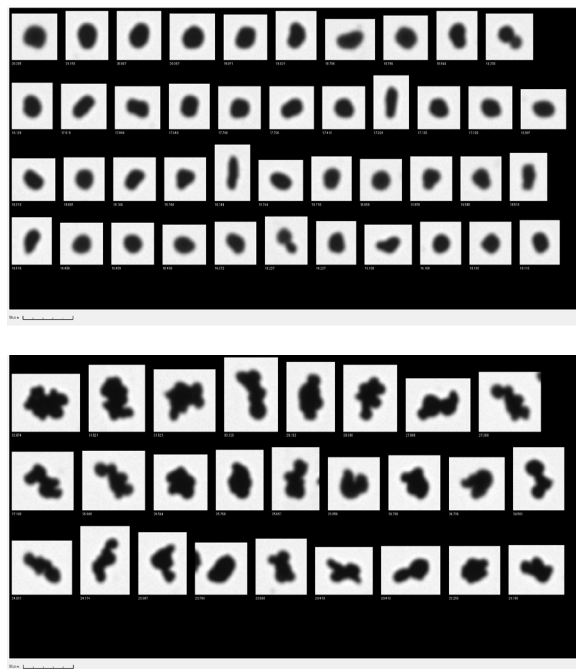


図 6 iSpect DIA-10による試料A-1、A-2の粒子形状評価
左：面積相当径・円形度の散布図 右：粒子画像の一部（面積相当径降順）

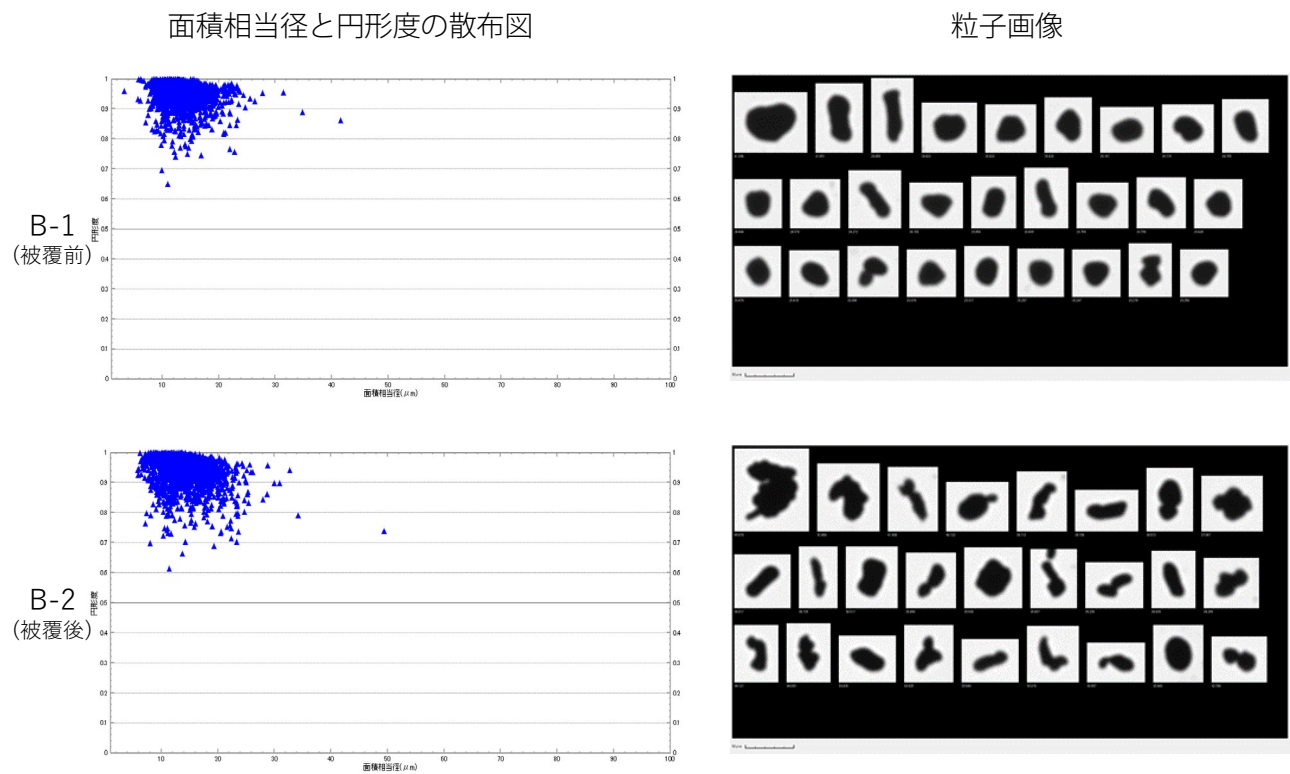


図7 iSpect DIA-10による試料B-1、B-2の粒子形状評価
左：面積相当径・円形度の散布図 右：粒子画像の一部（面積相当径降順）

■まとめ

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

本報の結果とあわせて比表面積や粒子密度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-比表面積・粒子密度- (01-00457-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。

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

SALD、iSpectは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00492-JP 初版発行：2023年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ SALD-2300
レーザ回折式粒子径分布測定装置



＞ iSpect DIA-10
ダイナミック粒子画像解析システム

関連分野

＞ リチウムイオン電池

＞ 水素燃料・燃料電池

＞ 太陽電池

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ