

黒鉛粉末のかさ密度測定

亀井 由樹¹、宮本 丈司¹、弘松 勇志²
1 (株) 島津製作所、2 島津サイエンス東日本 (株)

ユーザーベネフィット

- ◆ 電池性能の向上に寄与する電池材料の粉体物性（かさ密度）を測定できます。
- ◆ 精密万能試験機とかさ密度測定装置を用いることで、低荷重から高荷重まで広い荷重レンジでのかさ密度評価が行えます。

■はじめに

カーボンニュートラルの実現に向けて世界各国が普及を後押しする電気自動車や、スマートフォン、タブレット端末などの需要喚起により、リチウムイオン電池（以下、LiBと記載）は今後ますますの市場拡大が見込まれます。

LiBの製造工程において、集電体への塗工技術は電池特性に大きく影響します。正極・負極活物質は、バインダや溶媒と混合して集電体へ塗布・乾燥した後、充填密度を高めるためにプレスして電極を作製します。電極の厚みや質量はLiBのエネルギー密度に影響し、塗膜が厚いほど電池容量が大きく、レート特性は低下するといわれています。一方、塗膜が薄いほどレート特性が向上しますが、電池容量は小さくなるといわれています。LiBの体積エネルギー密度を向上させるためには、正極・負極活物質の充填性を向上させ、電極の高密度化を図ることが重要となります。このため、正極・負極材の密度評価は電池特性の向上において重要であると考えられ、目的とする電池性能の実現への寄与が期待できます。製造工程の圧力条件を満たすには、低い押圧から高い押圧まで粉体試料の密度変化を連続的に網羅できることが望ましいと考えられます。

本稿ではかさ密度測定装置GeoPyc、精密万能試験機AGX-V2を用いて、負極材として用いられる黒鉛粉末のかさ密度評価を行った事例をご紹介します。

■低荷重測定システム

表1に試験構成を示します。0.42 MPaまでの低荷重の試験にはかさ密度測定装置 GeoPyc 1365を用いました。従来の縦型容器でタッピングを行う試験法と異なり、円筒形のサンプル容器を水平に保持し、回転させながら横方向からプランジャーにより一定の圧縮力を加える独自の方式にて測定します。一定の圧縮力におけるプランジャーの検出位置から、サンプルのかさ密度を求めることができます。

今回は圧縮応力0.42 MPaまで、サンプル重量5gという条件で試験を行いました。

表1 GeoPycを用いた試験構成と試験条件

試験機	: GeoPyc 1365
測定チャンバー内径	: 19.1 mm
ソフトウェア	: Ver 2.02A
サンプル	: 粒子径が異なる黒鉛粉末4種 (A、B、C、D)
サンプル重量	: 5g±0.01gになるよう秤量

サンプル容器



図1 かさ密度測定装置 GeoPyc 1365

図2に試験の手順を示します。サンプル容器内に秤量したサンプルを投入します。次にプランジャーをセットして密封します。最後に装置左右の軸受けにそれぞれねじを締める様にして、サンプル容器とプランジャーを固定します。粉が外に飛散しにくく環境をクリーンに保ち、測定を行うことができます。圧縮応力を0.02 MPa ~ 0.42 MPa間の複数の値を指定して測定を行いました。

図3に試験結果を示します。圧縮応力0.42 MPaまでの低荷重域のカーブを示しています。各圧縮応力時のかさ密度はA>C>D>Bの順となりました。Aの値が大きく、B、C、Dは比較的近い挙動を示しています。

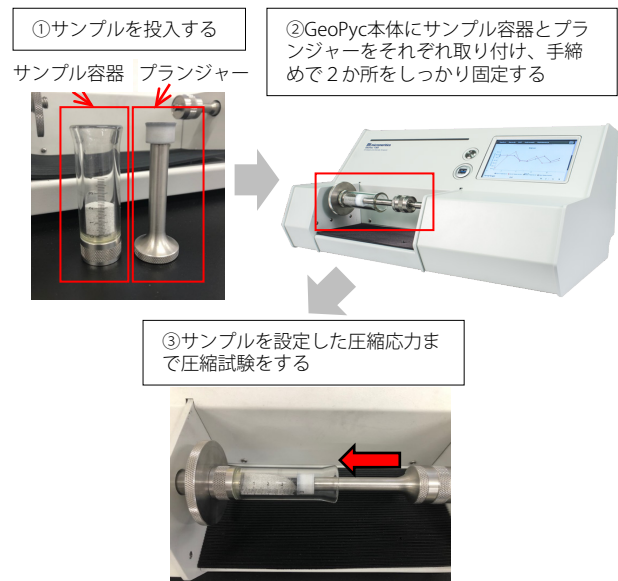


図2 試験の手順

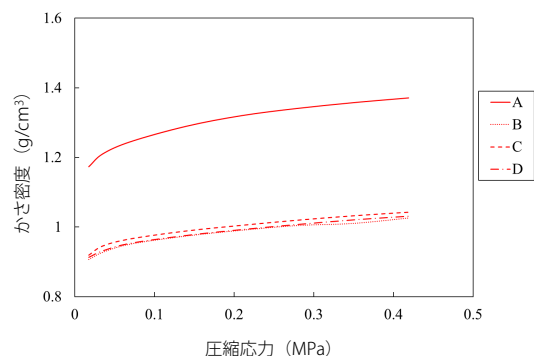


図3 GeoPycによる試験結果

■ 高荷重測定システム

表2に試験構成を示します。精密万能試験機AGX-V2に粉体成形試験治具を取り付け試験を行いました。粉体の圧縮試験では加えた試験力がダイ内の壁面へ分散してしまいます。そのため、上部だけでなく下部でも試験力を測定し、上下のロードセルの平均試験力から加えた力を算出します。また同じ重量の粉末、同じ負荷試験力でも、ダイスの直径が変わると壁面への分散圧が変わるため、異なる試験結果となることがあります。今回は直径1/2 inchのダイスを用いて、上部ロードセルの試験力50 kNまで試験力を加える、サンプル重量1 gという条件で試験を行いました。

表2 精密万能試験機を用いた試験構成と試験条件

試験機	: AGX-100kNV2
上部ロードセル	: 100 kN
下部ロードセル	: 100 kN
測定治具	: 粉体成形試験治具 (ダイス直径1/2 inch)
ソフトウェア	: TRAPEZIUMX™-V (シングル)
試験速度	: 5 mm/min
目標値	: 上部ロードセルの試験力50 kNまで
サンプル	: 粒子径が異なる黒鉛粉末4種 (A、B、C、D)
サンプル重量	: 1 g ± 0.005 gになるよう秤量



図4 精密万能試験機AGX™-V2

図5に試験の様子を示します。TRAPEZIUMX-Vのたわみ補正機能を用い、クロスヘッド移動量から治具の変形やロードセルの変形を補正し測定を行いました。

図6に試験結果を示します。圧縮応力が大きい領域ではどのサンプルも、かさ密度が約2.3 g/cm³と近い挙動を示していることがわかりました。図7にAGX-V2を用いて試験をした結果から50 MPaまでの圧縮応力部分を抜粋したカーブを示します。この領域ではサンプルごとに挙動が異なり、20 MPaの時のかさ密度はA>D>C>Bの順になりました。



図5 試験の様子

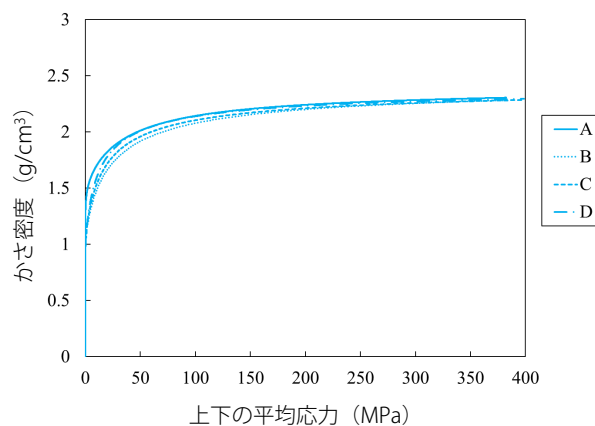


図6 AGX-V2による試験結果

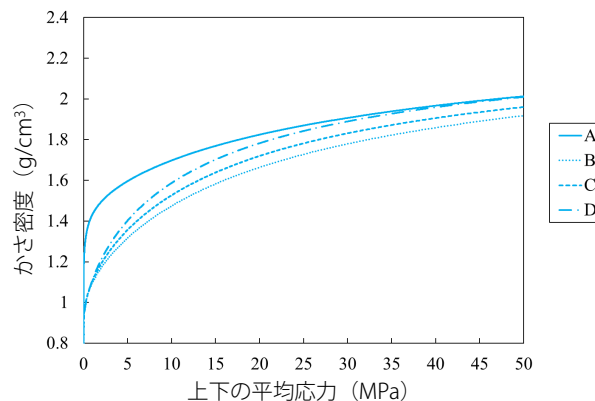


図7 AGX-V2による試験結果 (50 MPaまで)

■ 低荷重試験と高荷重試験の比較

図8に0.5 MPaまでの領域でGeoPycとAGX-V2の結果を重ね書きしたカーブを示します。GeoPycは赤、AGX-V2は青色で示しています。今回、AGX-V2で使用している100 kNロードセルの最小精度保証範囲は50 N (=約0.4 MPa)で、GeoPycでの測定エリアは精度保証範囲外となります。しかし、どちらもAの値が大きく、B、C、Dは比較的近い挙動を示している点で類似の結果を得ることができました。

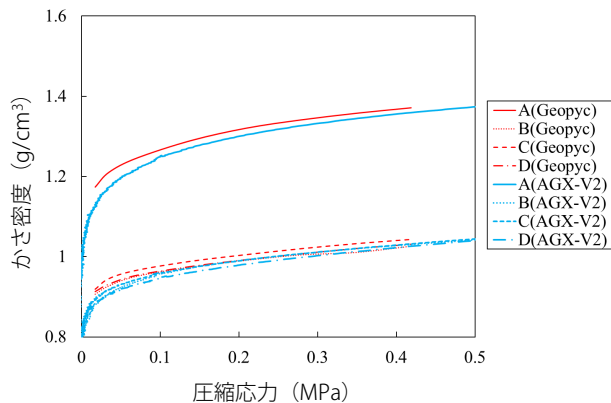


図8 試験結果 (0.5 MPaまで) の比較

■ まとめ

粒子径が異なる黒鉛粉末4種を対象に、AGX-100kNV2とGeoPycによる密度測定を行いました。

GeoPycによる測定では、0.42 MPaまでのかさ密度はA>C>D>Bの順となり、このうちB、C、Dは比較的近い挙動を示すことがわかりました。

AGX-V2による測定では、試験力の低い領域ではサンプルごとに異なる挙動で、20 MPaの時のかさ密度はA>D>C>Bの順になりました。しかし、試験力が大きい領域ではどのサンプルもかさ密度が約2.3 g/cm³と近い挙動を示していることがわかりました。

両装置を併用することにより、低荷重から高荷重まで広いレンジでのかさ密度測定を行うことができました。本測定は、エネルギー密度の向上など、目的とする電池性能の実現への寄与が期待できます。

<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。

AGX、TRAPEZIUMX、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

＞ 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。



＞ オートグラフ AGX-
V2 シリーズ
精密万能試験機

関連分野

＞ 工業材料・マテリアル

＞ 炭素材料

＞ 自動車

＞ 電気・電子

＞ リチウムイオン電池

＞ 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