

LIB正極スラリー乾燥工程における内部構造評価技術 - 4Dラミノグラフィ -

技術開発センター 小林 秀雄

1 はじめに

リチウムイオン電池 (LIB) 電極の作製には、スラリーと呼ばれる粒子分散液を金属箔に塗工し、加熱乾燥をする工程があります。電極の改良方法として、スラリーに含まれる活物質やバインダー等の開発や、塗工乾燥条件の検討などが挙げられます。

電極の製造工程において、空隙率や分散状態など電極の内部構造の変化を確認できれば、高性能電極の開発をより効率的に行うことが可能です。本稿では、乾燥工程における電極の内部構造の変化を観察する手法として、4Dラミノグラフィを紹介します。

2 4Dラミノグラフィの特長

内部構造の観察にはX線CTを用いることが多いですが、試料を立てる必要があるため、流動性のあるスラリーには適しません。一方、ラミノグラフィは、試料の回転軸をX線に対して30°傾けることで、平板試料や平板上に塗工した試料を観察可能にする手法です。

さらに、CT装置のX線に比べて高輝度な (= 極めて明るく指向性のある) 放射光X線を利用することで、短時間で多くの画像を取得することができ、その結果ラミノグラフィの4D化 (= 3D + 時間変化) が可能となります。

加えて、当社ではPCで制御可能な自動塗工機を開発しました。手作業では塗工から測定開始までに数十秒を要するため、わずかに自然乾燥していました。自動塗工機を用いることで、塗工直後から乾燥終了までの4Dラミノグラフィを実現しました (図1)。

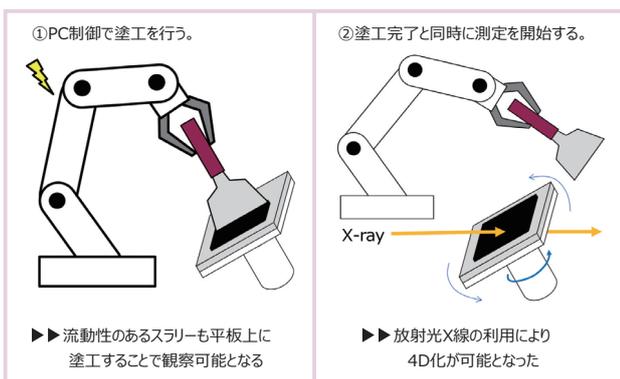


図1 自動塗工機を用いたラミノグラフィの模式図

3 4Dラミノグラフィを用いたLIB正極スラリー加熱乾燥工程の評価事例

塗工直後からのスラリーのラミノグラフィ像 (図2) を見ると、乾燥開始後であるBの画像が結像できていません。これは、乾燥初期における内部構造の変化速度が、撮影速度よりも速かったためだと考えられます。Aではスラリーの流動速度よりも撮影速度が速かったために、CやDでは乾燥が進み内部構造の変化が少なくなったために、結像できたと推察されます。

観察だけでなく、当社は高度な解析技術も有しています¹⁾。ラミノグラフィによる3次元像の解析から空隙率と電極膜厚を算出し、時間に対してプロットしたグラフを図3に示します。今回用いたスラリーについては、電極膜厚は加熱から70秒程度で一定となり、空隙率は加熱から測定終了まで増加傾向にありました。これは、乾燥時の溶媒揮発とバインダーの硬化過程の時間差によるものと推察されます。

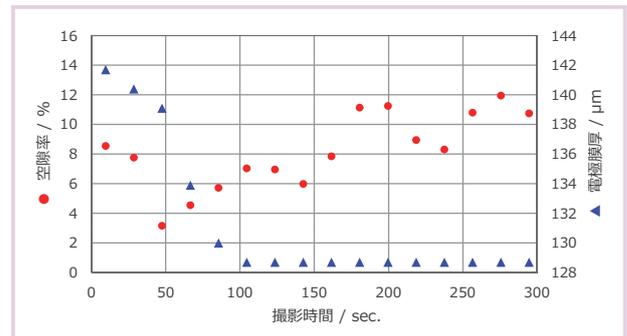


図3 乾燥工程におけるスラリー内部の空隙率と電極膜厚の変化 (※加熱乾燥開始: 30secから)

4 おわりに

本稿では放射光X線による4Dラミノグラフィの事例を紹介しましたが、他にも放射光を用いた多くの分光測定を取り扱っております。放射光分析と聞くと特殊な分析法だと躊躇されるかもしれませんが、費用対効果が高くなる場合もあります。当社が保有している多くの分析機器や技術の一つと考えて気軽にご相談いただければ幸いです。

文献

1) H. Fukumitsu, K. Terada, S. Suehiro, K. Taki, Y. Cheon : *Electrochemistry*, **83**, 2 (2015) .

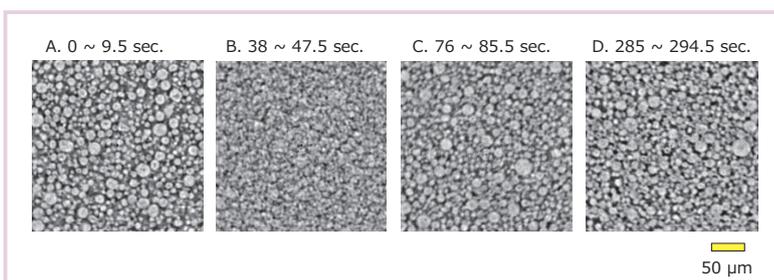


図2 乾燥工程におけるスラリー内部のラミノグラフィ像 (※加熱乾燥開始: 30secから)



小林 秀雄
(こばやし ひでお)
技術開発センター