

# 凍結乾燥と染色処理を施した電極スラリーの CMC分布評価

試料直上型EDX検出器により、凍結乾燥試料の凹凸に影響されず高感度で分析できます。

## 凍結乾燥した電池負極スラリーの観察

リチウムイオン電池の電極スラリーは、活物質の他に導電助剤やバインダーを水もしくは有機溶剤に混練することで作製します。その後、塗工、乾燥工程を経て、電極層となります。スラリーの塗工性は、スラリーの粘性に影響するためバインダーの分散性を制御することが重要と考えられます。

今回、スラリー中のCMCの分布を調査するため、スラリーを凍結乾燥処理し、当社独自技術で染色処理を施しました。

黒鉛の間に網目構造が認められ、形態からCNTが絡み合った状態であると推定されます(図1)。CMCは染色元素で置換されているため、EDXにより分布を評価しました。

### 【負極電池スラリーの構成】

- ・活物質: 黒鉛
- ・バインダー: スチレン・ブタジエンゴム (SBR)
- ・導電助剤: カーボンナノチューブ (CNT)
- ・増粘剤: カルボキシメチルセルロース (CMC)
- ・水

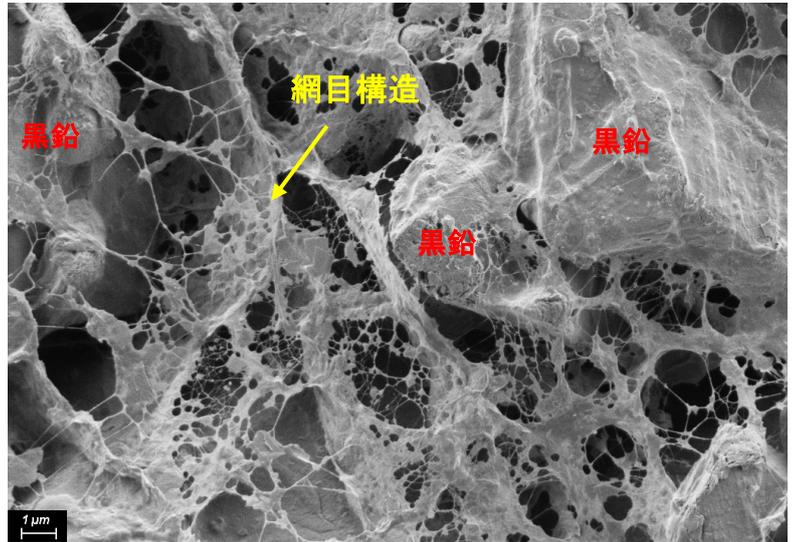


図1 凍結乾燥試料の表面のSEM像

## 試料直上型EDX検出器※による染色元素の分析

今回、試料直上型EDX検出器で染色元素を測定しました(図2)。表面形状が粗い凍結乾燥処理した試料の場合、試料の斜め上に配置される従来型のEDX検出器では、信号量が少なく、染色元素の分布を可視化できていません(図3)。試料直上型EDX検出器で得られた元素分析結果より、染色元素が黒鉛間に分布する様子が認められることから、CMCはCNTに絡み合って分布すると考えられます。

※試料直上型EDX検出器: Oxford Instruments製 Unity

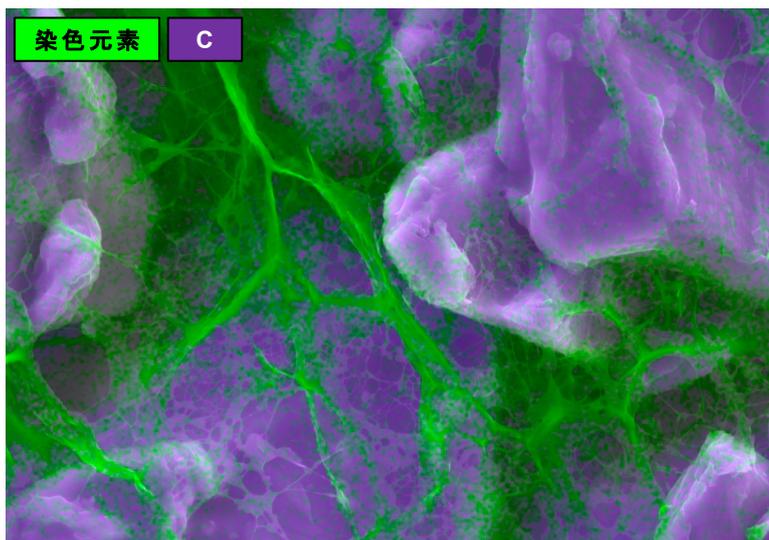


図2 試料直上型EDX検出器による分析結果  
染色元素(緑)、カーボン(紫)、二次電子像の重ね合わせ

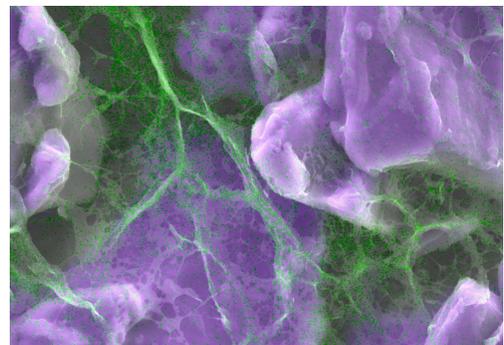


図3 従来型のEDX検出器による分析結果  
染色元素(緑)、カーボン(紫)、二次電子像の重ね合わせ

