

## 小特集：電池解析

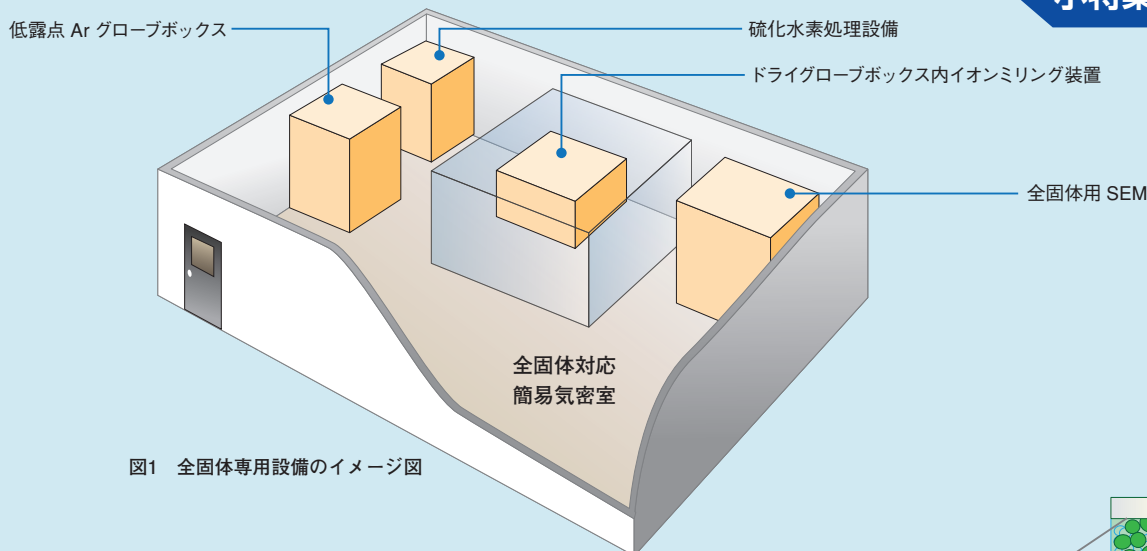


図1 全固体専用設備のイメージ図

- ・正極集電体 Al
- ・正極層  
正極活物質粒+固体電解質
- ・固体電解質層
- ・負極層  
負極活物質粒+固体電解質
- ・負極集電体 Cu

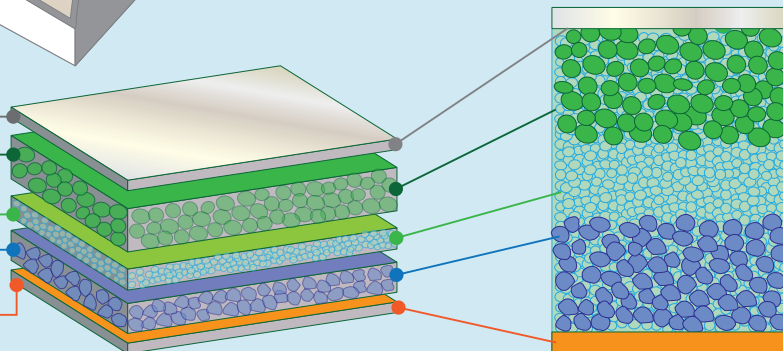


図2 全固体電池の一般的構造

### 小特集 電池解析

## 全固体電池の電子顕微鏡による界面分析

### 硫化物型全固体電池解析設備の新設

#### Interface Structure Analysis of Solid State Battery by Electron Microscopy

この度JFEテクノロジーでは、全固体電池断面の走査電子顕微鏡 (SEM) 分析を行うための専用設備を導入することとなりました(図1: 設備稼働予定2017年度末)。本設備は、排風設備を備えた簡易気密室内に低露点Arグローブボックス、ドライグローブボックス、SEM、硫化水素ガス用スクラバーを設置した全固体電池分析用の専用設備となります。

リチウムイオン二次電池の研究開発は、将来のエネルギー密度向上と安全性を両立できる電池として自動車業界が中心となり全固体電池(図2)へ注力し始めています。全固体電池の電池性能は固体電解質と活物質の界面状態に強

く影響を受けるためその詳細な解析が重要となっています。

全固体電池のキーマテリアルである固体電解質は高いLiイオン伝導特性を示し、低温まで動作可能な硫化物型固体電解質が主流となりつつあります。

硫化物型固体電解質の取り扱いには、その特性や安全対策に対して高いハードルがあります。硫化物型固体電解質は、わずかな水分とも反応して分解するため露点温度 $-80^{\circ}\text{C}$ 以下での取り扱いが欠かせません。さらに、反応時には有害な硫化水素ガスが発生するほか、硫黄成分は金属材料と容易に反応するため、定常的な取り扱いには安全対策

として硫化水素除害対策を施した専用設備が必要となります。

その他、集束イオンビーム加工機 (FIB) と透過電子顕微鏡 (TEM) も全固体電池の解析に対応していくことでこれらの界面状態を総合的に解析できる体制を構築いたします。

ご興味があればぜひお問い合わせください。

お問合せ先:

機能材料ソリューション本部 電池試作・解析センター

大森 滋和

s-oomori@jfe-tec.co.jp

## リチウムイオン二次電池の評価(1)

～3極セルによるリチウム金属析出現象の解明～  
機能材料ソリューション本部 電池試作・解析センター  
眞下 優  
s-mashimo@jfe-tec.co.jp

リチウムイオン二次電池において負極上でのリチウム金属析出現象は充放電効率低下や内部短絡の一因であり、電池の長期信頼性に関わる重要な課題です。リチウム金属析出現象の調査のためには、充放電試験と解体による電極観察をさまざまな条件で繰り返す必要があります。当社ではラミネート型3極セルを用いてリチウム析出発生時の正・負極の電極電位の挙動に注目し、リチウム金属析出発生現象の非破壊調査を実施しました。

本報で紹介するラミネート型3極セル(図1)では正・負極の外側に参照極(リチウム金属)を設置することで、電池反応を阻害することなく正・負極の電位変化を測定することができます。そこで、リチウム金属析出現象を再現するため当該3極セルを用いて充放電レート試

験を繰り返しました。その結果、図2左に示すように、充放電レートの増加に伴って負極電位が低下する現象が確認されました。また、当該セルを解体して負極を観察したところ、表面にリチウムの局所的な析出が確認されました(図2右)。リチウムが析出したにも関わらず、負極電位は0Vまで低下せず、80mV付近までの低下に留まっていますが、これはリチウム析出の発生が局所的であることが一因と考えられます。このように3極セルによる負極電位の精密測定と負極表面解析を組み合わせることによってリチウムイオン二次電池の負極挙動の詳細な解析が可能になります。

ラミネート型電池は目的に応じてサイズ、形状を比較的自由

に設計できる利点を持っています。当社では性能評価だけでなく、電池の試作も行っているため、本報で紹介した3極セルをはじめ、特殊形状、サイズの電池の試作が必要であれば、お気軽にご相談下さい。

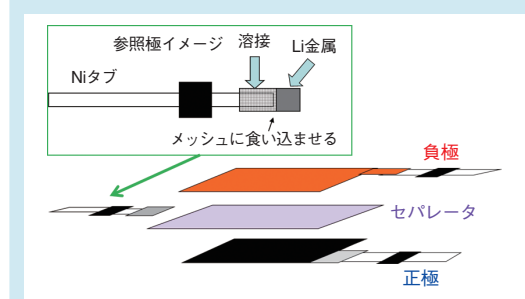


図1 3極セル構造

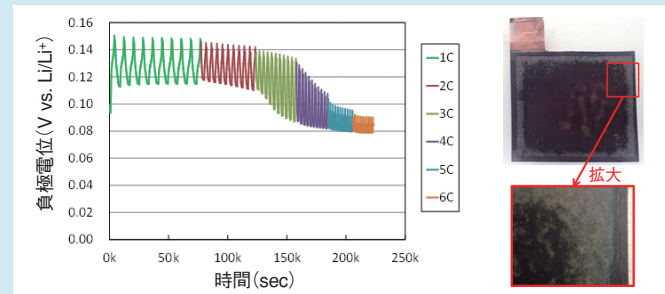


図2 リチウム金属析出試験結果(左:負極電位挙動、右:解体後負極写真)

## リチウムイオン二次電池の評価(2)

～自動積層機によるラミネート型セル試作～  
機能材料ソリューション本部 電池試作・解析センター  
菅谷 真洋  
m-sugaya@jfe-tec.co.jp

### 1. ラミネート型セルの試作

当社では10mm角程度の超小型単層のラミネート型セルから最大100mm×200mm角程度の積層型の高容量ラミネート型セルの試作を実施しています。

電池材料の基本特性評価のためには小型電極の単層セルを作製するケースが多いのですが、お客様の材料や電池の研究開発の進展に伴って、より大きな電極や高容量のセルでの評価が必要になります。例えば安全性試験を評価する場合には試験精度を向上させるために高容量セルが必要になります。また、電解液の含浸性を評価するためには電極体を厚くする必要があります。

当社ではこのようなりチウムイオン二次電池試作のために自動積層機を導入し、高精度の積層電極によるラミネート

型セルの試作を可能としております。

### 2. 自動積層機による積層電極体試作

自動積層機の外観を図1に示します。当社では自動積層機を極低露点でかつクリーン度の高いドライルーム内に設置し、水分や不純物の影響をできる限り低減した試作環境を実現しています。

積層時間は負極→セパレータ→正極→セパレータの1サイクルで約25～30秒で、10Ahクラスの30積層セルを15分程度で作製できます。積層の位置精度は±0.1mmと、手動での精度1mm程度に対して高精度で、セパレータ部には熱融着用のヒートピンを導入し、セパレータの位置ズレによる内部短絡防止のためにセパレータの袋詰も可能としております(図2)。なお、手動による積層はおおよそ45分程度で積層しており、より短時間でより高精度な積層が可能になります。当社装置で積層できる電極は表1に示します3タイプですが、その他のサイズをご要望の場合にも、専用治具を製作しご対応することが可能です。ご興味をお持ちの方は是非ご連絡下さい。



図1 自動積層機の外観

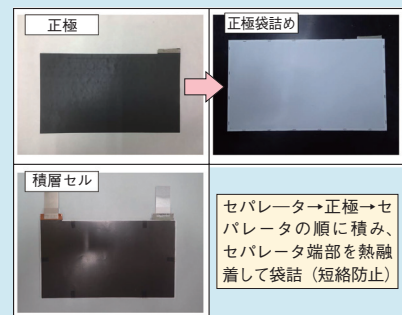


図2 正極のセパレータによる袋詰

表1 積層電極のサイズ

タイプ	正極サイズ (概寸)
A	30 mm × 40 mm
B	90 mm × 90 mm
C	100 mm × 180 mm

## アクティブサーモグラフィによる非破壊検査

～3Dロックイン法による欠陥検査技術～

計測・プロセスソリューション本部 計測・可視化解析センター  
福田 義徳  
y-fukuda@jfe-tec.co.jp

### はじめに

アクティブサーモグラフィは、サンプルへの加熱に伴う温度変化を赤外線カメラで測定することで、内部欠陥を検出する方法です。欠陥は周囲とは熱の伝わり方が異なるため、サンプル表面の温度変化に影響することを利用して、

当社では、内部欠陥の深さ方向の位置を簡単に精度よく特定可能な3Dロックイン法を新たに開発しましたので、ご紹介致します。

### 3D ロックイン法

従来のロックイン法では、周期加熱に伴う温度変化を全区間に渡って解析します。サンプルの浅い位置を検査するには熱の浸透を浅くするため加熱周期を短く、逆に深い位置まで検査するには加熱周期を長くする必要があります。

3Dロックイン法の解析原理を図1に示します。サンプル加熱後の冷却過程

で、冷却直後はサンプルの浅い位置からの情報が得られ、その後時間が経過するにつれて、徐々に深い位置からの情報が得られることがわかります。

この現象に着目し、加熱後の解析区間を指定することで、1つのデータから複数の深さ位置の解析を行うことを可能にしました。

図2に内部はく離のある厚さ1.5mmのCFRP板に適用した結果を示します。従来のロックイン法では、はく離の深さ情報が得られませんでした。3Dロックイン法で0.1mmごとの深さの解析を行うことで、内部はく離の形状を3次元表示できることがわかります。

### おわりに

今回開発した3Dロックイン法は、欠

陥の検査以外にも、接着部・接合部の評価や塗膜下の異物の検査などにおいても低ノイズの解析が行えるため、有効な手段となります。

今後とも、赤外線カメラを用いた革新的な非破壊検査技術に挑戦します。ご興味をお持ちの方は、ぜひお問い合わせ下さい。

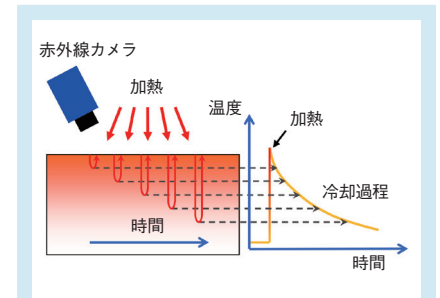


図1 3Dロックイン法の解析原理

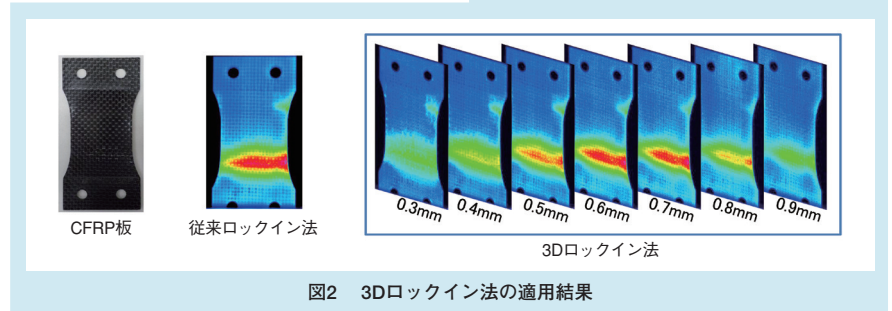


図2 3Dロックイン法の適用結果

## Quality Evaluation Techniques of Recycled Plastics

## 再生プラスチックの品質評価技術

～高精度かつ信頼性の高い試験法の確立～

分析ソリューション本部 分析評価・解析センター  
細羽 美奈子  
hosoba@jfe-tec.co.jp

### はじめに

再生プラスチック業界では再商品化製品の利用拡大に向け、品質の向上、再商品化工程の品質管理を目的として、公益財団法人日本容器包装リサイクル協会が品質基準を設けています<sup>1)</sup>。品質基準には、塩素分、主成分、純度分析がその測定法と併せ規定されています。当社では、高精度で信頼性の高い分析結果を短納期でご提供する分析体制を確立いたしましたのでご紹介いたします。

### 高精度かつ信頼性の高い

### 品質評価試験法の確立

再生プラスチックの試料形態は、ペレット、フレーク、フラフなど様々です。このような形態の試料では、ごく一部を採取して分析すると偏りのある分析

結果になってしまうおそれがあります。当社では偏りのない平均的な分析結果が得られるように、あらかじめ、まとまった量の試料を超遠心粉砕機で冷凍粉砕して微粉末化、これを混合・縮分し品質評価試験に用いています。

品質評価項目には、塩素分、主成分、ポリプロピレン (PP) やポリエチレン (PE) の純度分析があります。当社では塩素分は燃焼-イオンクロマトグラフ法、主成分はプラスチックを溶媒に溶解させ不溶解分の重量を秤量する重量法、純度分析は核磁気共鳴 (NMR) による定量法で評価しています。

NMRによる定量では、内径が大きな試料管を採用することで、分析に使用する試料量が多くなり、平均的な組成を評価できる

ように工夫しています。また、使用する内部標準物質の純度分析を事前に行い、分析値の信頼性を担保しています。

### おわりに

再生プラスチックの品質評価試験の受託開始以来、大変ご好評をいただいております。数多くの試験実績がございます。ぜひお気軽にご相談ください。

- 1) 平成29年度プラスチック製容器包装再生処理ガイドライン、平成29年3月

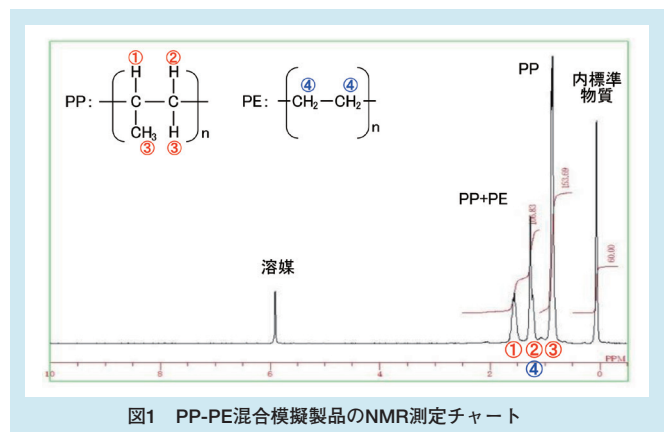


図1 PP-PE混合模擬製品のNMR測定チャート

## 界面活性剤の迅速解析技術

～ NMRとLC/MSで界面活性剤の

品質管理をお手伝いします～

分析ソリューション本部 先端医薬分析・解析センター  
片平 律子  
r-katahira@jfe-tec.co.jp

### はじめに

界面活性剤の一つのポリソルベートは、医薬品・化粧品・食品をはじめ様々な分野の添加剤として広く利用されています。医薬品では、特にバイオ医薬品製剤の安定性に大きく寄与します。ポリソルベートは、多種成分から成る不均一な界面活性剤であり、また分解不純物が生成しやすいことから、全成分を正確に把握することは難しく、適切な評価方法は知られていませんでした。そこで今回、核磁気共鳴 (NMR) 装置や高速液体クロマトグラフ/質量分析 (LC/MS) 装置を用い、正確かつ迅速なポリソルベートの成分分析方法を開発しました。

### NMRによるポリソルベート分解物の含有率の決定

ポリソルベートのポリオキシエチレン鎖末端では、自己酸化によりギ酸等の酸性分解不純物が生成し、バイオ医薬品製剤の安定性に影響を与える場合があります。NMRでは一次元スペクトルを測定す

ることにより (図1)、このようなポリオキシエチレン鎖末端の分解不純物の含有率を簡便に知ることができます (表1)。本法は、ポリオキシエチレンヒマシ油等のオキシエチレン鎖を有する非イオン性界面活性剤全てに適用することができます。

### LC/MSによるポリソルベートの成分プロファイル解析

バイオ医薬品製剤の安定性に影響するポリソルベートの分子種を同定し、それらの混合比を明確にすることは、安定性の再現性評価に有効です。今回LC/MSを用い、

ポリソルベートの1種であるポリソルベート20の全32化合物を分離・同定し、それらの混合比を迅速に算出する手法を新たに開発しました (図2、表2)。本法はポリソルベートのロット間差や、メーカー間差の評価に適用できます。是非お役立てください。

### おわりに

界面活性剤の品質管理でお困りの場合にはお気軽にご相談ください。ポリオキシエチレンを含まない界面活性剤についても対応させていただきます。

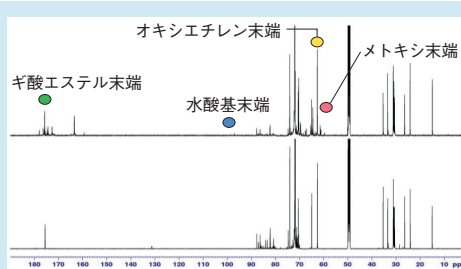


図1 ポリソルベート20の<sup>13</sup>C NMRスペクトル  
上段:加熱処理後、下段:加熱処理前  
加熱処理により分解物由来のピーク(ギ酸エステル、水酸基、メトキシ)が現れました。

表1 NMRによるポリソルベート分解物の含有率(モル比(%))

	ギ酸エステル	水酸基	メトキシ	オキシエチレン
加熱後	37	1	2	60

\*強度比はPOE sorbitan monolaurateのピーク面積強度を1とした相対強度比で示しています。

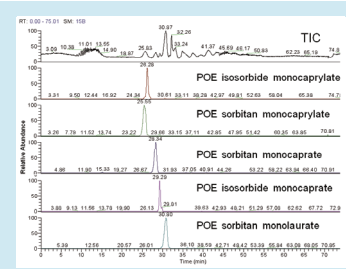


図2 ポリソルベート20のMSクロマトグラム例  
最上段がTIC、2段目以降が各成分の抽出イオンクロマトグラム

表2 ポリソルベート20の各成分の強度比例

成分名	強度比*
POE isoribide monocaprylate	0.08
POE sorbitan monocaprylate	0.21
POE sorbitan monocaprate	0.21
POE isoribide monocaprate	0.08
POE sorbitan monolaurate	1.00

### お詫びと訂正

JFE-TEC News52号の4ページの記事「落錘衝撃試験」に誤りがありました。  
誤) 落下高さ最大8m、落錘質量最大200kg  
正) 落下高さ最大6.5m、落錘質量最大100kg  
お詫びするとともに、訂正いたします。

### お問い合わせ先

#### 【営業本部】

##### 【営業総括部】

TEL:03-3510-3833 FAX:03-3510-3799

##### 【営業企画部】

TEL:03-3510-3827 FAX:03-3510-3799

#### 【東日本営業所】

##### 第1営業部

TEL:03-3510-3801 FAX:03-3510-3799

##### 第2営業部

TEL:03-3510-3801 FAX:03-3510-3799

##### 東北支所

TEL:022-211-8280 FAX:022-211-8281

##### 宇都宮支所

TEL:028-613-1077 FAX:028-613-1078

##### 川崎支所

TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528

#### 【西日本営業所】

##### 名古屋営業部

TEL:052-561-8630 FAX:052-561-8650

##### 大阪営業部

TEL:06-6534-7631 FAX:06-6534-7639

##### 神戸支所

TEL:078-304-5722 FAX:078-304-5723

##### 倉敷支所

TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

##### 福山支所

TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

##### 九州支所

TEL:092-263-1461 FAX:092-263-1462

#### 【機能材料ソリューション本部】

TEL:043-262-2188 FAX:043-262-2985

#### 【構造材料ソリューション本部】

TEL:044-322-6626 FAX:044-322-6528

#### 【分析ソリューション本部】

TEL:043-262-4815 FAX:043-262-2199

#### 【計測・プロセスソリューション本部】

TEL:043-262-4181 FAX:043-262-2665

#### 【知多ソリューション本部】

TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990

#### 【西日本ソリューション本部】

倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

#### 【ビジネスコンサルティング本部】

京浜 TEL:044-322-6429 FAX:044-322-6520

詳しくは、当社ホームページで <https://www.jfe-tec.co.jp>

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は [jfetcsalesmarketing@jfe-tec.co.jp](mailto:jfetcsalesmarketing@jfe-tec.co.jp) へご連絡ください

JFE-TEC News <2018>

No.54

2018年1月発行

発行人/山上 伸夫

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業総括部

〒100-0004 東京都千代田区大手町2-7-1 (JFE商事ビル7F)

Tel: 03 - 3510 - 3833

