



図1 試作した100Ah LIB外觀写真

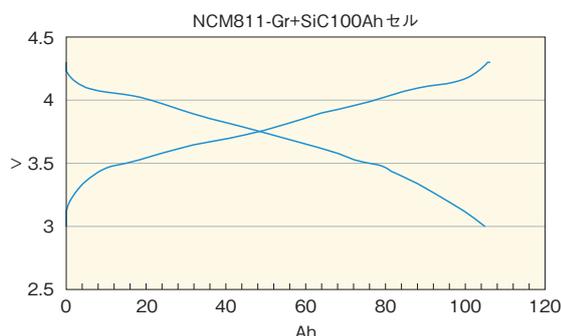


図2 初期充放電結果

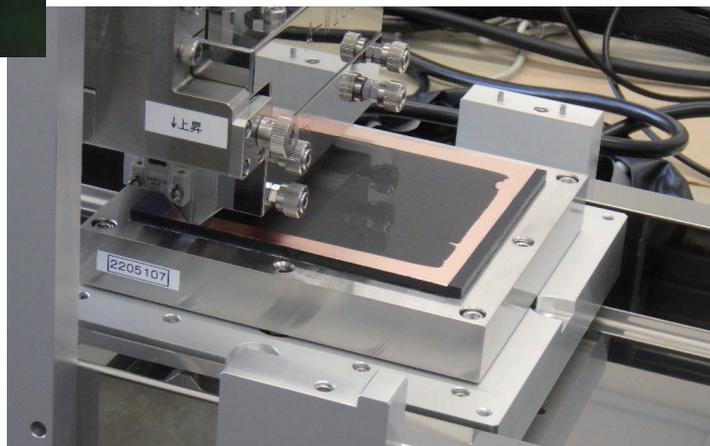


図3 全固体電池用の電極試作例

次世代電池特集号

電池の試作、評価、分析、解析をワンストップで！ ものづくりのベストパートナーを目指す

One-Stop Battery Prototyping, Evaluation, Analysis, and Characterization! Aiming to Be “Your Best Partner for Monodzukuri”

2009年にリチウムイオン二次電池（以下LIB）の試作事業を開始し、2019年には全固体電池の試作も開始いたしました。LIBは材料種の多様な組み合わせや構造が考えられ、僅かな条件変化で性能や寿命、信頼性、安全性にも影響が生じます。作りこみには一定の経験が必要であることは言うまでもありません。多様な材料の組み合わせを実験的にノウハウとして構築し、多くの試作評価を行うことで得られた貴重な経験を活かし、お客様の課題解決に取り組んでいます。

BEV（Battery Electric Vehicle）では、人が居住するキャビン下に電池パックを敷き詰めた構造が一般的ですが、そのため厚さ方向に形状的な制約が生じます。一つの電池あたりの体積密度を向上するために、ブレード型と呼ばれる

細長い電池形状が志向されており、図1はそうした電池を意識して試作したLIBです。電極を数十層積層し、図2に示す100Ahの放電容量が確保できています。積層の際には僅かなズレによる短絡のリスクが懸念されますので、精緻な治具を作製し、かつ積層後の状態をX線CTなどの検査により確認することでプロセスによる短絡リスクを限りなくゼロにすることに成功しています。

図3は、全固体電池用の電極を試作した例です。車載用に期待されている硫黄系固体電解質は水分を排除した環境での取り扱いが必要であるため、不活性雰囲気下において、均一な膜厚を維持した電極を作製することを実現しています（JFE-TEC News No.72に掲載）。

全固体電池は複合粒子を均一に接触させることで性能を担保しています。ま

た、LIBは充放電にともなうLi移動により、それを担う活物質は常に膨張・収縮が生じることから、材料選択や構造設計には考慮が必要です。使用する材料には機械的な物性値の把握も重要で、不活性雰囲気下での多様な物性値の計測を可能としています。

本号では、多様かつ先端的な技術を組み合わせられた技術を紹介いたします。また、当社ウェブサイトには試作から解析、安全性など、多くの技術を掲載しておりますので、あわせてご覧頂ければ幸いです。

▶お問い合わせ先

電池事業拡大プロジェクト
島内 優
shimauchi@jfe-tec.co.jp

次世代電池研究開発のための 試作・評価・解析技術特集(1)

～STEM像を用いた
硫化物系固体電解質の局所結晶評価～

▶なぜいまこれが？

当社では、Li拡散挙動に影響する活物質-固体電解質の構造を明らかにするため、走査透過電子顕微鏡(STEM)による形態観察、元素分析および化学結合状態の解析データを提供してきました。今回、電子線照射損傷が顕著で、これまで解析が困難であったアルジロダイト型硫化物固体電解質の結晶性をSTEM像により評価することに成功しました。

▶これがポイント！

集束イオンビーム加工装置により薄片化した硫化物系全固体電池の正極層(図1a, b)において、STEM像取得条件の最適化により、固体電解質内にナノスケールの明るい粒子が認められました(図1c)。明るい粒子が結晶であることを示す回折点が電子回折図形(図1d)

で確認できます。一方、周囲の暗いコントラスト部は、非晶質由来のハローパターン(図1e)が得られます。本手法は、サイクル試験に伴う局所的な固体電解質の非晶質化の評価に有効となります。

お気軽にご相談ください。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
丸山 玄太
g-maruyama@jfe-tec.co.jp

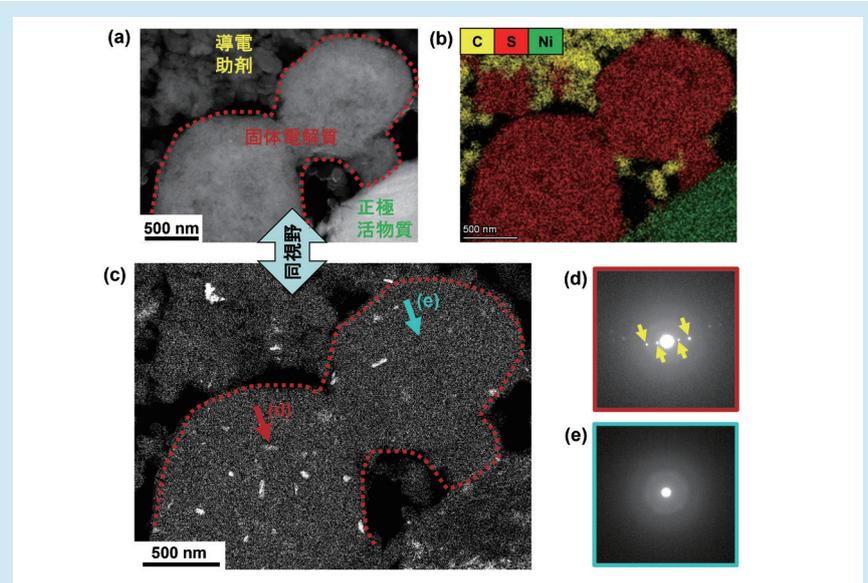


図1 通常条件で取得したSTEM像(a)、原子%表示のEDX面分析結果(b)、結晶性評価条件に調整し取得したSTEM像(c、矢印は電子回折図形取得位置を示す)、電子回折図形(d, e)

次世代電池研究開発のための 試作・評価・解析技術特集(2)

～全固体電池用合材の圧粉成形過程における
スプリングバック評価と電気抵抗測定～

▶なぜいまこれが？

全固体リチウムイオン二次電池は、固体電解質(SE)、活物質、導電助剤等、粒径と電気伝導性の異なる粒子を圧縮することで圧粉成形されます。

成形された電池の性能は、電気抵抗測定により評価されます。しかしながら、電気抵抗測定は、成形前後のタイミングに限られ、圧粉成形中のリアルタイムな測定は行われていません。圧粉成形過程は、粒子の高密度化(パッケージング)や、圧粉成形体の形状復元(スプリングバック)等の経時的な挙動を含んでおり、これら挙動に伴う電気抵抗値の評価が重要となります。

▶これがポイント！

当社では、露点温度-60℃以下に制御可能なグローブボックス内に、ピストンおよび絶縁性シリンダー、デジタルマルチメーターから成る試験系を構築しました(図1参照)。

SE、正極活物質、導電助剤から成る正極複合体試料を絶縁シリンダー内に投入し、直流(DC)電流を通じながら圧力を加えて圧粉成形し成形力と電気抵抗とを同時かつリアルタイムで測定しました。その結果、応力-変位線に同期した電気抵抗値-変位線を得ることができました。

電気抵抗値-変位線の勾配は、低応力域における粒子間距離の減少に伴う界面抵抗の低下(一次)と、高応力域における導電助剤の作用発現に伴う電気抵抗の低下(二次)に由来すると考えられる、二次的な変化を示しました。

更に、最大応力負荷後の除荷時に生じるスプリングバックに伴い、電気抵抗値が増加することが明らかとなりました(図2参照)。

以上、開発された本技

術により、圧粉成形過程のイベントに伴う電気抵抗値の変化を特定することが可能となります。

電池材料開発における圧粉成形体のスプリングバック挙動の確認や製造条件選定の手法として、是非当社サービスをご利用下さい。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
尾形 浩行
h-ogata@jfe-tec.co.jp



図1 大気非暴露環境中の圧粉成形と電気抵抗測定系

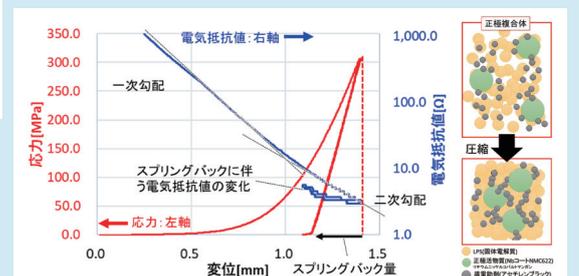


図2 正極複合体の荷重-変位-電気抵抗値線図の測定例

表1 試験装置仕様

露点温度	-60℃以下
成形ペレット径	Φ 5mm ※調整可
圧力	最大 600MPa 程度
電気抵抗測定	DC、AC (検討中)

次世代電池研究開発のための試作・評価・解析技術特集(3)

～全固体電池向け固体電解質成形品の圧縮強度ならびにポアソン比計測～

▶なぜいまこれが？

EVの安全性や航続距離向上のため、可燃性の有機電解液の代わりにリチウムイオンを伝導する硫化物系固体電解質（以下SE）を用いた全固体リチウムイオン二次電池（以下全固体LIB）に大きな期待が持たれています。全固体LIBには図1に示すような複数の接触面が存在します。また、充放電時に負極活物質の影響で膨張収縮が起これ、電池内部に負荷がかかることがあります。その際に活物質の割れやSE/活物質界面の剥離が発生し、全固体LIBの耐久性が低下することが知られています。そのためSE成形材をはじめ全固体LIB材の圧縮特性を把握することは極めて重要です。

▶これがポイント！

当社では汎用の加圧装置を用いて大気非暴露環境でSE成形材の作製が可能です。

また、作製した7mm角の微小試験片

を使用し、大気非暴露槽を有した荷重容量50kNの強度試験機と高解像度かつ高倍率レンズを用いた2次元DIC (Digital Image Correlation) 撮像システムを組み合わせることで、加圧力1000MPa相当の圧縮強度試験とポアソン比計測を実現しました。図2に試験機外観とサンプル設置部、表1に装置仕様をまとめました。

図1に示すようにSE成形材は、複数の粉体を加圧成形した材料であるため、破壊までの変形量が非常に小さく脆性を示します。そのため試験機のストローク変位や一般的な伸び計などでは圧縮時の縦・横変位の計測が困難です。図3に試験機を使用したSE成形品の強度試験ならびにひずみ計測の一例を示しました。撮像面に独自開発のランダムパターンを大気非

暴露環境下で塗布し、圧縮強度測定するとともにDIC計測を実施しました。図3のような仮想点を設定することで、仮想点間の変位やひずみを計測可能としました。

対象の装置はお客様のご要望に合わせて合材成形品の評価にも適応可能ですのでお気軽にご相談下さい。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
石澤 真悟
s-ishizawa@jfe-tec.co.jp

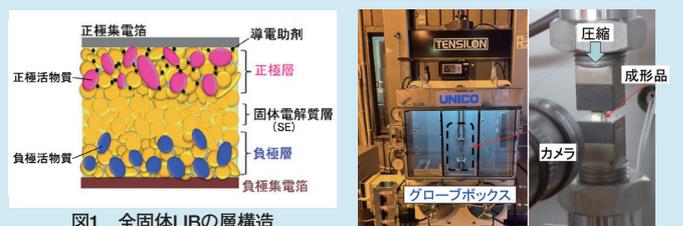


図1 全固体LIBの層構造

図2 装置外観
(左:試験機全体、右:サンプル設置部)

表1 装置仕様

設定露点	露点 -60℃以下
試験雰囲気	不活性ガス (Ar)
試験モード	圧縮
電気抵抗測定	50kN
イメージスケール	2 ~ 6μm/pix
画角	8mm × 6mm ~ 24mm × 18mm

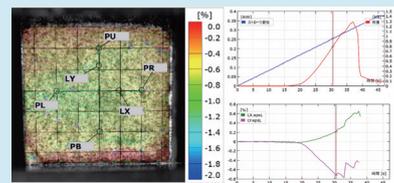


図3 高解像度カメラによる変形挙動測定

次世代電池研究開発のための試作・評価・解析技術特集(4)

～大気非暴露環境下における全固体電池合材と集電箔界面の密着強度評価試験～

▶なぜいまこれが？

脱炭素社会の実現を目指し、電気自動車用全固体リチウムイオン電池（以下、LIB）の高性能化に向けての研究開発が進められています。

全固体LIBの正極および負極は、固体電解質に活物質などが混合された合材で形成され、集電箔が積層された構造を有します（図1）。実用時の充放電に伴う膨張・収縮により、各層間が剥離する可能性があるため、特に合材電極と集電箔の界面を対象とした密着強度評価が必要となります。

▶これがポイント！

当社では、合材電極と集電箔をそれぞれ適切な被着体に接着することで、全固体LIBの合材電極と集電箔との界面の密着強度評価を可能としました。

電池材料は、空気中の水分と反応して加水分解を起こし、人体に有害な硫化水素を発生する可能性があるため、低露点下（-60℃程度）での取り扱いが求められます。電池材料の機械物性を評価するため、グローブボックス内不活性ガス雰囲気下での強度試験を可能としました。

全固体LIBの各層は相互に密着しており、供試材そのままでは把持部が存在しないため、密着強度試験が成立しません。合材電極は、接着剤の種類によっては密着性が不十分である事があります。把持方法を確立することで、合材層と集電金属箔間の密着強度試験を成立させました

（図1）。集電箔と合材電極の界面剥離試験を実施した際の荷重-変位線を図2に例示します。この試験では界面剥離過程の荷重推移を得ることができ、これが密着強度となります。各層の接着力より合材電極の凝集力が弱い場合には、合材電極の凝集力を評価することにも活用可能です。全固体LIBのみならず、液系LIB封止部分の密着性評価などにも応用可能です。電池材料の強度評価には、是非当社サービスをご活用下さい。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
正岡 佳純
k-masaoka@jfe-tec.co.jp

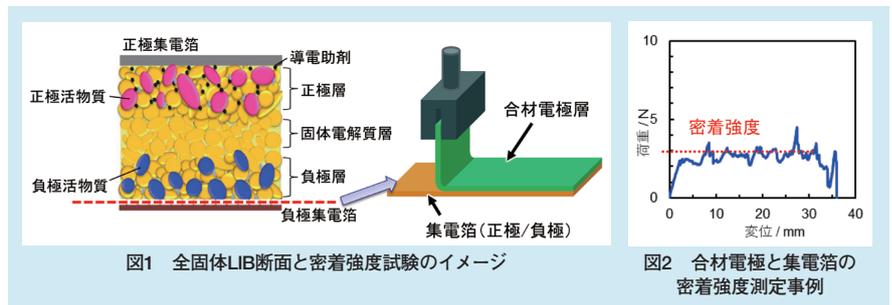


図1 全固体LIB断面と密着強度試験のイメージ

図2 合材電極と集電箔の密着強度測定事例

次世代電池研究開発のための 試作・評価・解析技術特集(5)

～全固体電池の充放電時における発熱挙動解析～

▶なぜいまこれが？

昨今のEVシフトに伴い、リチウムイオン二次電池の開発に拍車がかかっています。中でも“全固体電池”は、優れた電池特性や安全性を有しており、従来の非水系電解液を用いる液系Liイオン電池の次世代電池として期待されています。

全固体電池を構成する材料は日進月歩で開発が進んでいますがそれらの物理特性は必ずしも明確になっていません。特に充放電時の発熱挙動は車載時に注意を払う必要があるため、非破壊での分析・解析手法が強く求められています。

▶これがポイント！

非破壊での発熱挙動測定では以下が問題となります。①電池特性を得るために用いる拘束治具が発熱挙動測定を阻害する、②微小電流による充放電時の数mCレベルの微少な発熱の検出が難しい。

当社では上記課題に対して、①発熱挙動を阻害することなく、高圧の拘束が可能で専用拘束治具を開発、②当社独自の解析ソフトウェアにより、分解能数mCの温度分布を検出できる赤外線カメラシステム

を適用し、全固体電池の充放電に伴う発熱挙動の測定・解析を可能にしました。

充放電試験と発熱挙動測定が同時に実施できる為、両者の関連性解析も可能です。

技術詳細についてはお気軽にお問い合わせください。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 電池試作・解析センター
森島 史弥
morishima@jfe-tec.co.jp



図1 熱分布測定用の赤外線カメラ(左)と充放電に伴う発熱挙動測定例(右)

電池内部構造の可視化と詳細解析

～次世代負極用バインダーの染色技術
および全固体セル正極の空隙構造解析～

▶なぜいまこれが？

近年、機械学習による画像解析の高度化により、画像特徴量の解析が容易になってきています。当社の電池開発分野における新規可視化開発例および定量的な画像解析評価例について、最近の取り組みを紹介いたします。

▶これがポイント！

次世代高容量負極であるSi系混合負極の採用にともない、電極の体積変化に対応するため、ポリアクリル酸系バインダーの使用が進んでいます。しかしながら、バインダーのマイグレーションに対して、SEMによる分布の可視化が難しかったことから、当社では、新規の電子染色手法を開発しました(特願2024-70303)。電子染色後の電極表面を走査電子顕微鏡(SEM)で観察すると、重原子効果により、反射電子像で黒鉛上のバインダーの付着状態を明瞭に確認することが出来るようになりました(図1)。

一方、全固体電池では、JFE-TEC

News No.76で示した正極合材層のSEM像に対して、画像解析を実施した結果の詳細を示します(図2)。表1のように、正極活物質、固体電解質(SE)、助剤の面積率が、試作時の混合比率(仕込み重量率)と非常に良く一致しており、各部材の特徴

を確実に捉えるSEM画像の撮影法と機械学習による良好な物質判別が実現できています。次に、接触率解析による空隙分布の特徴抽出を行った結果を示します(図3)。活物質界面を基準とした場合(1)、接触面積率は残り3成分とほぼ均等に接触していることが分かりました(補正前)。正極活物質中空部の活物質/空隙界面を除外しても(補正後)、未接触の空隙界面が多いことが分かります。一方、空隙界面を基準とした評価では(2)、助剤界面に空隙が集中しており、SE界面は少ない傾向でした。画像解析は、目的に沿った

特性に適した解析プロセスを構築することが重要です。お気軽にご相談下さい。

▶お問い合わせ先

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

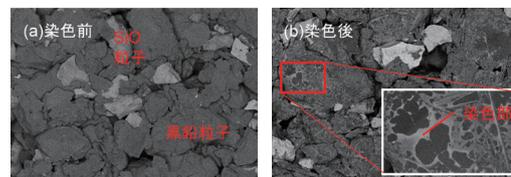


図1 新規電子染色前後の負極表面のSEM観察結果



図2 正極合材断面のセグメンテーション結果

(a) 正極活物質内空隙構造の補正前と(b) 補正後

表1 正極合材比率と仕込みとの定量比較

成分	面積率	重量率	仕込み重量
活物質	39%	66%	67%
SE	43%	29%	29%
助剤	15%	5%	5%
空隙	4%	-	-

*重量率は助剤の密度をD=1.0としたときの計算値

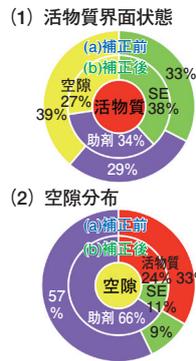


図3 接触率解析による空隙分布の可視化

※正極内空隙構造の(a)補正前(外側)と(b)補正後(内側)

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

JFE-TEC News <2025>
No.82
2025年1月発行

発行人/壁矢 和久
発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業企画部
〒100-0004 東京都千代田区大手町一丁目6番1号 大手町ビル4階
☎0120-643-777

