

FTIR 分光分析を用いた リチウムイオン電池セパレータの材料同定

Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計による新品および
使用後のセパレータの高速分析



著者

Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.

概要

リチウムイオン電池（LIB）は、電気自動車、ポータブル電子機器、再生可能エネルギー貯蔵システムなど、さまざまな用途で不可欠な電源として利用されています。カソード、アノード、セパレータ、電解液という4つの主要部品で構成されるLIBの安全性、性能、耐久性を保証するためには、すべての電池原材料と部品を厳格に品質管理（QC）する必要があります。

LIBの組み立てにおいて非常に重要な部品の1つがセパレータです。セパレータとは、アノードとカソードを物理的に分離する多孔質の薄膜のことです。この部品は、電極が直接接触するのを防ぎ、短絡や熱暴走が発生する可能性をなくすという点において、電池の安全性と性能に関してきわめて重要な役割を果たしています。また、充電および放電プロセスにおける電極間のイオンの流れも促進します。

LIB セパレータの製造には、ポリエチレン (PE) やポリプロピレン (PP) などのポリマー材料がよく使用されます。これらの材料が選択されるのは、堅牢な機械的強度、化学的安定性、電極間のイオンの流れを実現する能力があるためです。フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光分析では、FTIR スペクトルの違いにより材料を区別できることが証明されており、ポリマーの分析に最適です。¹

今回の実験では、LIB セパレータの材料同定のための Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計の使用法に焦点を当て、LIB の部品に使用される塩や溶媒の QC 試験における役割についても考察します。^{2, 3} 機器の設計が超小型化されたことにより、有害の可能性のある物質の分析は、必要に応じて、グローブボックス内の湿度管理された環境で実施することができます。¹ Cary 630 FTIR は、電池材料の進歩や改良に重点を置いた研究開発にも広く使用されています。⁴

実験

装置構成

Agilent Cary 630 FTIR に、1 回反射ダイヤモンド減衰全反射 (ATR) インタフェースを搭載し、新品および使用後の LIB セパレータの迅速かつ簡単な材料同定 (ID) に使用しました (図 1)。



図 1. ポリマーと薄膜の同定に使用される ATR サンプリグモジュールを搭載した Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計

ソフトウェア

直感的な Agilent MicroLab ソフトウェア (図 2) とアジレント作成のポリマースペクトルライブラリを使用して、類似性検索アルゴリズムを適用し、2つのセパレータを同定しました。機器の操作パラメータを表 1 に示します。

サンプル

今回の実験では、次の 2 つの LIB セパレータを分析しました。

- 新品の多層セパレータ
- LIB リサイクル施設から回収された使用後のセパレータ

表 1. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 操作パラメータ

パラメータ	設定
メソッド	ライブラリ検索
使用ライブラリ	ユーザー作成のポリマーライブラリ (アジレントの内部ポリマーライブラリ)
スペクトル範囲	4,000 ~ 650 cm ⁻¹
サンプル/バックグラウンドスキャン回数	32
スペクトル分解能	4 cm ⁻¹
バックグラウンド収集	空気
色分けされた信頼度のしきい値	緑 (高信頼度) > 0.90 黄 (中信頼度) 0.80 ~ 0.90 赤 (低信頼度) < 0.80



図 2. Agilent MicroLab ソフトウェアはインタフェースを画像で提供しているため、トレーニングの必要性を減らし、ユーザーに起因するエラーのリスクを最小限に抑えます。

結果と考察

類似性アルゴリズムを使用して、ユーザー作成の内部スペクトルライブラリを検索し、0.90 と 0.99 の間（緑）の信頼度しきい値のヒットクオリティインデックス（HQI）により、両方のセパレータを同定しました。

新品セパレータはポリプロピレン（PP）として同定され、HQI は 0.94064 でした（図 3A）。この HQI は、ライブラリスペクトルの生成に使用した参照物質と比較して、セパレータが多層構造であること、および PP に添加物が含まれている可能性が高いことを反映しています。ただし、より適合性の高い参照物質により HQI を向上させるために、MicroLab ソフトウェアを使用すると、数秒でスペクトルライブラリを更新または作成することができます。作成時やその他のタイミングで、結果画面から直接スペクトルをライブラリに追加できます。

使用後のセパレータの材料はポリエチレン（PE）として同定され、HQI は 0.92274 でした（図 3B）。図 4 に示すように、他の LIB 部品からの汚染物質が目に見える形で存在すると、HQI の結果に影響を与える可能性があります。

ソフトウェアによって各ライブラリ項目に対し自動で計算される HQI は、測定されたスペクトルとライブラリスペクトルがどの程度適合しているかを示します。この結果は、MicroLab ソフトウェアでユーザーによる調整が可能な HQI しきい値設定に基づいており、材料同定および確認ワークフローの合格/不合格基準としてよく使用されます。今回の実験では、HQI が 0.90 以上の結果は、緑で色分けされています。

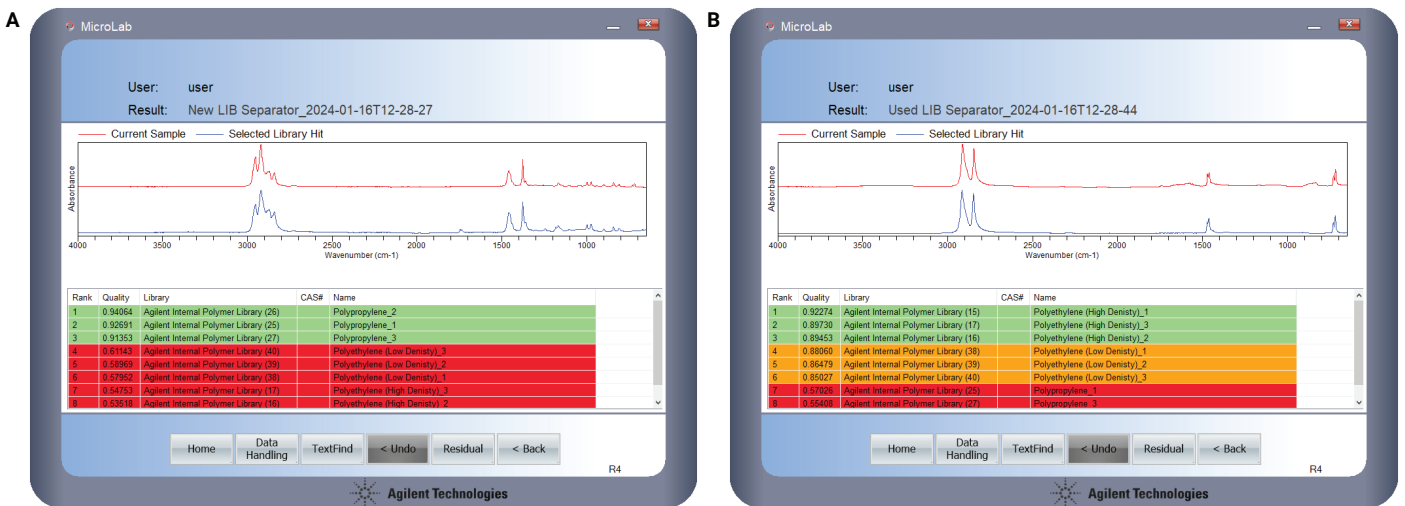


図 3. Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計による LIB セパレータサンプル（赤のトレース）とライブラリヒット（青のトレース）の同定分析。表は、結果の品質（HQI）、使用ライブラリ、新品セパレータ（A）と使用後のセパレータ（B）の材料のヒット名を示しています。

Cary 630 FTIR システムは色分けされた結果を提供し、すぐに導入可能な使いやすいソリューションとなっており、迅速な意思決定を実現します。サンプルが測定されると、ユーザー入力の必要なく、MicroLab ソフトウェアの画面に直接、最終的な回答が表示されます。

ソフトウェアでは、ライブラリ検索を実行して自動的に色分けされた最終結果を提供します。これにより、分析の複雑さが低減され、材料同定の信頼性が向上します。

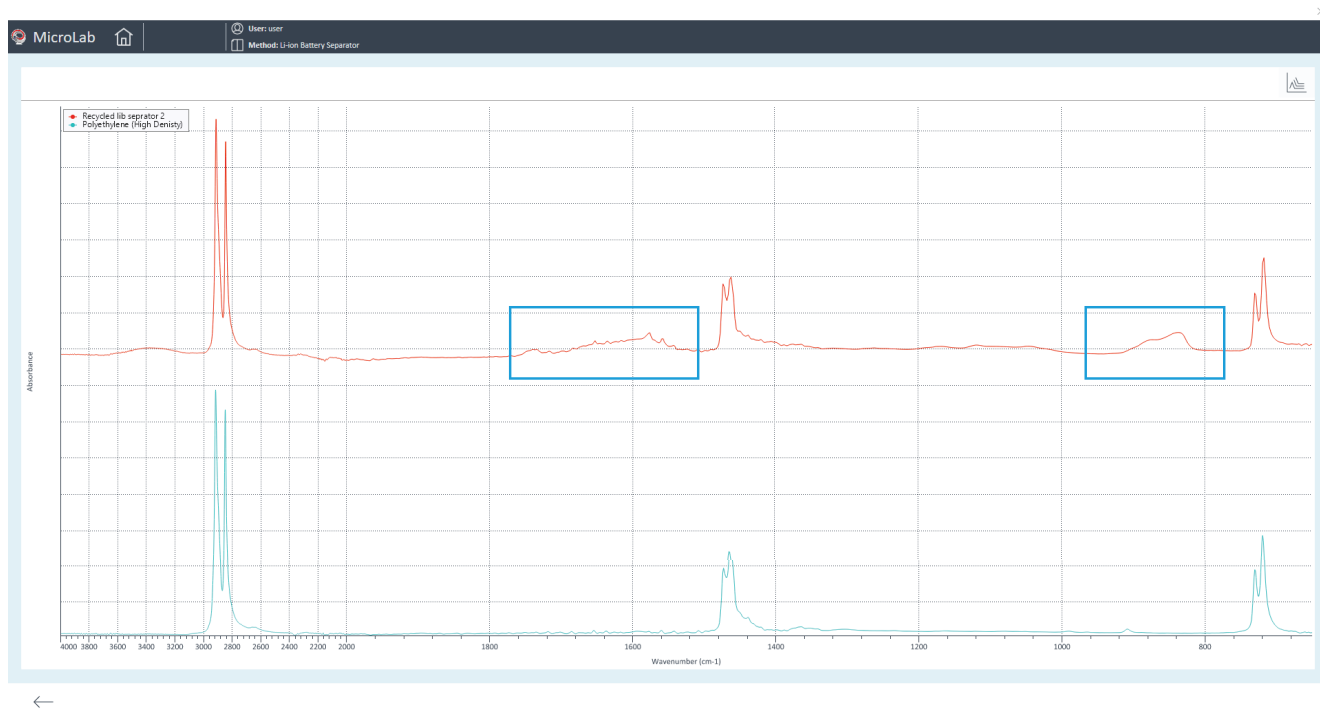


図 4. 使用後の LIB セパレータ (赤のトレース) とライブラリヒット (青のトレース) のスペクトルを圧縮した重ね表示。Agilent MicroLab ソフトウェアの波数スケール係数を使用することにより、対象のスペクトル範囲をより詳細に表示することができます。上部のスペクトルの領域を強調するために使用されている黒のボックスは、他の LIB 部品からの汚染物質が存在する可能性が高いことを示しています。

結論

Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計と Agilent MicroLab ソフトウェアを使用することにより、新品および使用後のリチウムイオン電池セパレータの正確な材料同定結果を迅速に得ることができました。

また、MicroLab ソフトウェア内でユーザー作成の既存のポリマースペクトルライブラリを使用することにより、Cary 630 FTIR は、2 つのセパレータサンプルをポリプロピレンとポリエチレンとして同定することができました。さらに、代表的な参照スペクトルをライブラリに追加することにより、結果の信頼性をさらに高めることができます。スペクトルライブラリは、MicroLab ソフトウェアで簡単に維持および管理することができ、新しいライブラリは数秒で作成できます。MicroLab ソフトウェアでは、HQI に基づいて新品および使用後のセパレータサンプルの同定結果が色分けされるため、データの品質を即座に簡単に確認できました。いずれのサンプルも高い信頼性で同定されました。

今回の実験では、LIB メーカーが要求する材料の QC 試験を対象に、ATR サンプリグモジュールを取り付けた Cary 630 FTIR の優れた有効性が実証されました。この手法は、電池材料の開発や改良に取り組む研究開発グループにも適しています。

参考文献

1. Dutta, A. Chapter 4 - Fourier Transform Infrared Spectroscopy. Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization, Elsevier, **2017**, pp. 73–93. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00004-2>.
2. Alwan, W.; Babu, S.; Zieschang, F. FTIR によるリチウムイオン電池中の塩のすばやく簡単な材料同定, アジレントテクノロジー, アプリケーションノート, 資料番号 5994-6243JAJP, **2023**.
3. Babu, S.; Alwan, W.; Zieschang, F. FTIR によるリチウムイオン電池中の溶媒のすばやく簡単な材料同定, アジレントテクノロジー, アプリケーションノート, 資料番号5994-6182JAJP, **2023**.
4. Alwan, W.; Zieschang, F. Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計によるリチウムイオン電池の研究の推進, アジレントテクノロジー, 白書, 資料番号 5994-6144JAJP, **2023**.

詳細情報

[Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計](#)

[MicroLab FTIR ソフトウェア](#)

[MicroLab Expert](#)

[FTIR 分析およびアプリケーションガイド](#)

[FTIR 分光分析法の基礎 – FAQ](#)

[ATR-FTIR 分光分析の概要](#)

[ホームページ](#)

www.agilent.com/chem/jp

[カスタムコンタクトセンター](#)

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE84755018

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, April 8, 2024

5994-7071JAJP