

# Liイオン電池分析・解析受託サービス

## アイテス

### 1. はじめに

アイテスは、半導体、電子部品、実装、LCDといった分野で、不良解析、信頼性試験から故障解析、表面分析や有機分析などを行っている。解析・分析においては、構造観察はもちろんであるが、故障・不良部位の電気的な絞り込み、さらには絞り込まれた部位の断面解析や分析を行い、故障解析を中心とした総合的なサービスを実施している。特に、不具合部位を可視化し、その位置を特定する技術を構築することにより、製造プロセスを考慮した不具合原因の究明を行っている。

近年、太陽電池やLiイオン電池の解析・分析への要望の高まりとともに、これらの分野への対応も始めている。従来からの解析技術を応用し、電池分野においても市場のニーズに応えることができるよう、断面構造の観察や部材の観察・分析を中心としたサービスの提供を開始した。

### 2. 断面解析

Liイオン電池は、電気・電子関連としてはサイズの大い部品であるが、不具合そのものは電池内部の微小部位で複雑な電気化学反応により生じている場合が多い。このため、まずは広範囲で精度の高い観察および分析を行い、不具合が発生した微小部位を特定することが必要となる場合が少なくない。従って広い領域の加工が可能な機械研磨や、微小領域での加工に適する集束イオンビーム（FIB）をはじめとした種々の断面加工法を目的に応じて使い分けの必要がある。また、これらの加工を分析用の前処理加工として適用すれば、有機分析（赤外分光分析など）や微量分析（飛行時間型2次イオン質量分析など）などへの展開も図ることができる。

#### 2.1 機械研磨による広範囲の観察

機械研磨は目的に応じた手法で仕上げれば、解析の第一段階として、電極、セパレータ、活物質などの電

池構造を広範囲にわたって精度良く観察でき、不具合箇所や状態の絞り込みに適している。さらに走査型電子顕微鏡（SEM）観察から、走査型イオン顕微鏡（SIM）観察、透過型電子顕微鏡（TEM）観察など、他の手法への展開が容易である。写真1は機械研磨後のSEM観察例である。セパレータの微細な細孔形状を保ったまま電極を含む広範囲にわたる断面構造の観察を行った例であり、実製品本来の形状をそのまま観察している。研究レベルでは、部材それぞれの性能評価が中心となるが、実際には、組み込まれた形であるため、製品レベルでの現象を把握することが望ましい。

#### 2.2 電極材料・活物質の観察

電極材料が過熱状態にあったのか、化学反応により溶解現象などが生じたのか、その判定材料の1つにそれら電極材の結晶粒を観察することが挙げられる。金属材料やめっき材の結晶粒や金属組織を、チャネリング効果を利用してFIBやSEMで観察することは、電子材料の不良・故障解析、出来栄評価にはいまや必要不可欠な手法である。この際、一般的には断面作製が必要となるが、イオンビームを用いた手法では研磨領域が限定されるという欠点がある。アイテスでは、精密な

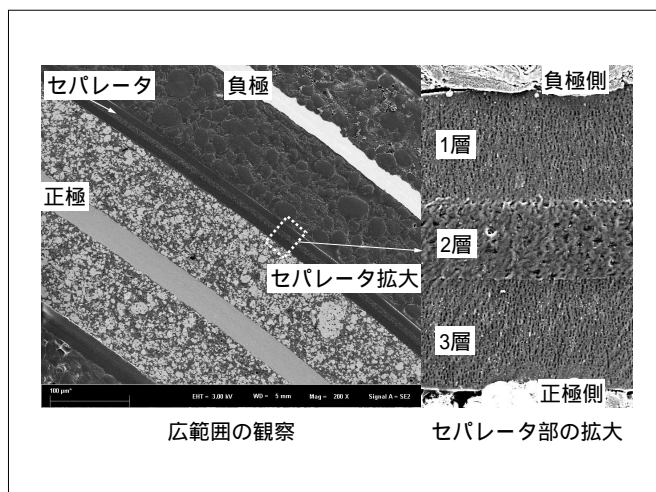


写真1 機械研磨法により作製した断面のSEM観察



機械研磨を行うことで、加工領域全域の観察を行っている。さらに100Vからの観察が可能な極低加速電圧SEMを用いることで、より詳細な観察を行っている。

また負極活物質として用いられる黒鉛の場合、活物質の特性上、その形状や表面状態、内部構造の把握が重要となる。一般的には機械研磨やイオンビームによる加工後にSEM観察やSIM観察を行い、また薄片化後

にはTEMによる観察を行う。さらには黒鉛表面の結晶性や表面状態については、電子エネルギー損失分光法(EELS)が有効な情報を得る手段となる。

### 2.3 セパレータの断面観察

セパレータの重要な役割の1つにシャットダウン機能がある。これは電池の温度上昇時の発火防止のため、ポリマーの細孔が閉じてイオンの流れを遮断するという機能である。

例えばポリマー3層膜タイプ(ポリプロピレン/ポリエチレン/ポリプロピレン)では、電池の温度上昇に伴いポリエチレンの融点付近135で電気抵抗が上昇し、ポリプロピレンの融点約165までその抵抗を保持する。この抵抗の上昇はポリマーの融解により、細孔が閉じているためとされている。写真2は、その3層構造セパレータが、135の条件化で実際に細孔が閉じていく過程の断面観察を行った結果である。全開状態から時間の経過とともに、まず中央部のポリエチレンの細孔が消失し、続いて両側のポリプロピレンが閉じ、最終的には膜全体が完全に閉じていく。またその過程で、中央部のポリエチレンが大きく収縮している。ポリプロピレンの最大収

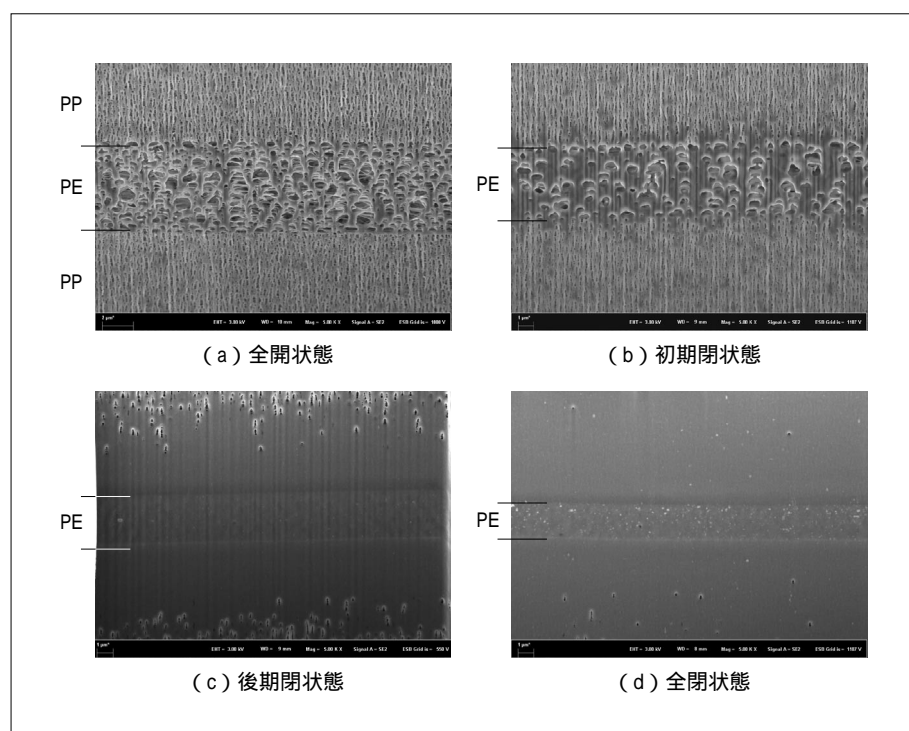


写真2 セパレータ開閉過程の断面SEM観察 (FIB断面加工後)

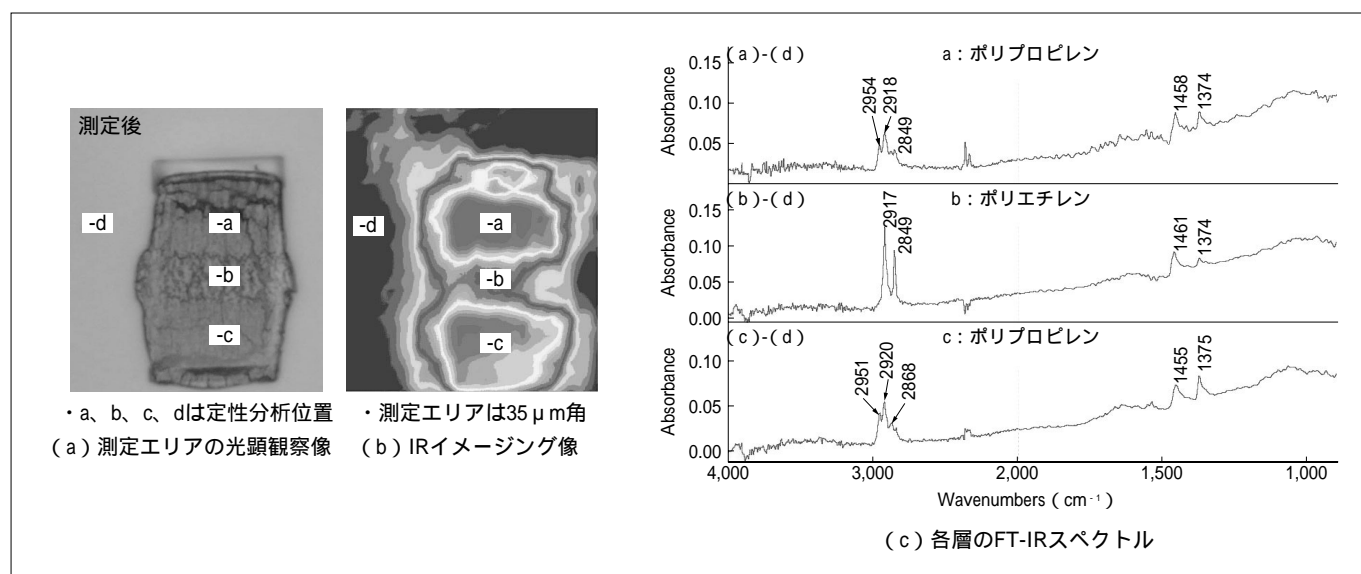


図1 FT-IR分析 (ATR法) によるセパレータのイメージング像と定性分析



縮を示す温度がポリエチレンに比べて高いため、全体としては20%程度の膜厚の減少に留まっている。さらに、温度・時間が加われば、膜に亀裂が発生していることが確認されている。これらの変化は、温度が上昇するとさらに短時間で移行するが、許容量を超えると亀裂が発生し、ポリマーの破損や電極によるセパレータの突き刺し現象へと繋がる。

#### 2.4 セパレータのフーリエ変換型赤外分光分析 (FT-IR)

図1は、FIBにより3層構造セパレータを薄片化し、マイクロサンプリングにより取り出した後、その断面について全反射 (ATR) イメージング法によるFT-IR分析を行った例である。材料の定性的な分析のみならず、イメージマップとして捉えることにより、材料構成の把握が可能である。この例では、それぞれ9/6/9  $\mu\text{m}$ 厚の3層構造セパレータであり、中央がポリエチレン、両側がポリプロピレンであることが判明した。この厚みでも中央部のみを抽出することなく断面からの分析が

可能である。このようにイメージングFT-IRは、材料構成をイメージ的に捉えることができる機能を持った装置である。サンプリング技術の進歩により、より微小な対象物の測定が可能となっており、解析能力がさらに高まることが期待される。

### 3. 今後の展望

Liイオン電池、太陽電池、燃料電池などの種々の電池は、小型から大型まで需要がますます拡大しつつある。それに伴い軽量化、小型化、長寿命化、高効率化といった要望も高まってきており、信頼性、安全性、環境への影響など、まだまだ解決すべき問題が山積している。電池は、各部材の構造および組み込み製品単位では総合技術であることから、その開発や解析・分析にも総合技術が要求される。アイテスはこれら電池産業の発展のために、今後も解析・分析の分野において総合サービスの拡充に努めていく。