

FTIR によるリチウムイオン電池の 電極用結合剤原材料の正確な同定

Agilent Cary 630 FTIR を用いた受け入れ材料の
高速な品質管理



著者

Wesam Alwan and
Suresh Babu C. V.
Agilent Technologies, Inc.

概要

クリーンエネルギー技術への世界的な移行により、リチウムイオン電池の製造が急速に拡大する中、原材料の厳格な品質管理を維持することは、これまで以上に重要になっています。結合剤のように少量だけ使用される材料でさえ、電池電極の機械的完全性、電気化学的性能、長期信頼性を確保するうえで、非常に重要になっています。結合剤の組成や品質のばらつきは、製造歩留まりや電池性能に重大な影響を及ぼす可能性があります。このアプリケーションノートでは、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計と Agilent MicroLab ソフトウェアを組み合わせることにより、受け入れ原材料の流れの中の結合剤材料を同定して検証するための、高速で信頼性が高く使いやすいメソッドを提供できることを実証します。

はじめに

リチウムイオン電池 (LIB) の製造には、多数のサプライヤから調達されるさまざまな特殊材料が必要です。ハイスループットの LIB 製造施設では、原材料のわずかなばらつきでさえ、下流でセル性能に重大な影響を及ぼす可能性があります。結合剤はそのよい例です。活物質を金属集電体に付着させるために少量だけ使用されますが、電極機能にとってはきわめて重要です。結合剤は、電極の機械的強度、均一性、長期的なセル性能に直接影響を与えます。このため、生産エンジニアや品質管理 (QC) マネージャは、結合剤の検証を品質保証 (QA) ワークフローの重要な要素であるとみなしています。

ポリフッ化ビニリデン (PVDF) のような従来の結合剤は効果的ですが、環境や溶媒取り扱い上の懸念を引き起こします。進化する持続可能性基準に適合するために、業界内ではポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、スチレンブタジエンゴム (SBR)、カルボキシメチルセルロース (CMC) などの代替材料の採用がますます進んでいます。ただし、このような変化は、LIB メーカーに新たなリスクをもたらすことにもなり、特に材料仕様

が変動したり、供給源が変更されたりする場合に顕著です。生産の一貫性を維持して、バッチ不良や再作業のリスクを低減するためには、高速かつ正確な材料同定および検証ツールが必要になります。FTIR 分光分析は、さまざまな LIB 原材料の QA/QC において、シンプルながら強力なソリューションを提供します。結合剤の有機および高分子特性を考慮すれば、FTIR 分光分析は、これらを高速かつ高い信頼性で同定する手段を提供できますが、これは、このアプリケーションノート「PVDF 多形相の特性解析」セクションで説明されているとおりです。

本研究では、コンパクトな設置面積の Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計 (図 1) を材料受け入れ時点で使用して、結合剤の同定を確認する方法について説明します。使いやすい Agilent MicroLab ソフトウェアを使用すれば、オペレータの最小限のトレーニングにより、正確に操作することが可能になります。Cary 630 FTIR を用いた分析は、迅速な意思決定を支援して、生産中断の回避に役に立つと同時に、最終製品の信頼性の向上に貢献します。

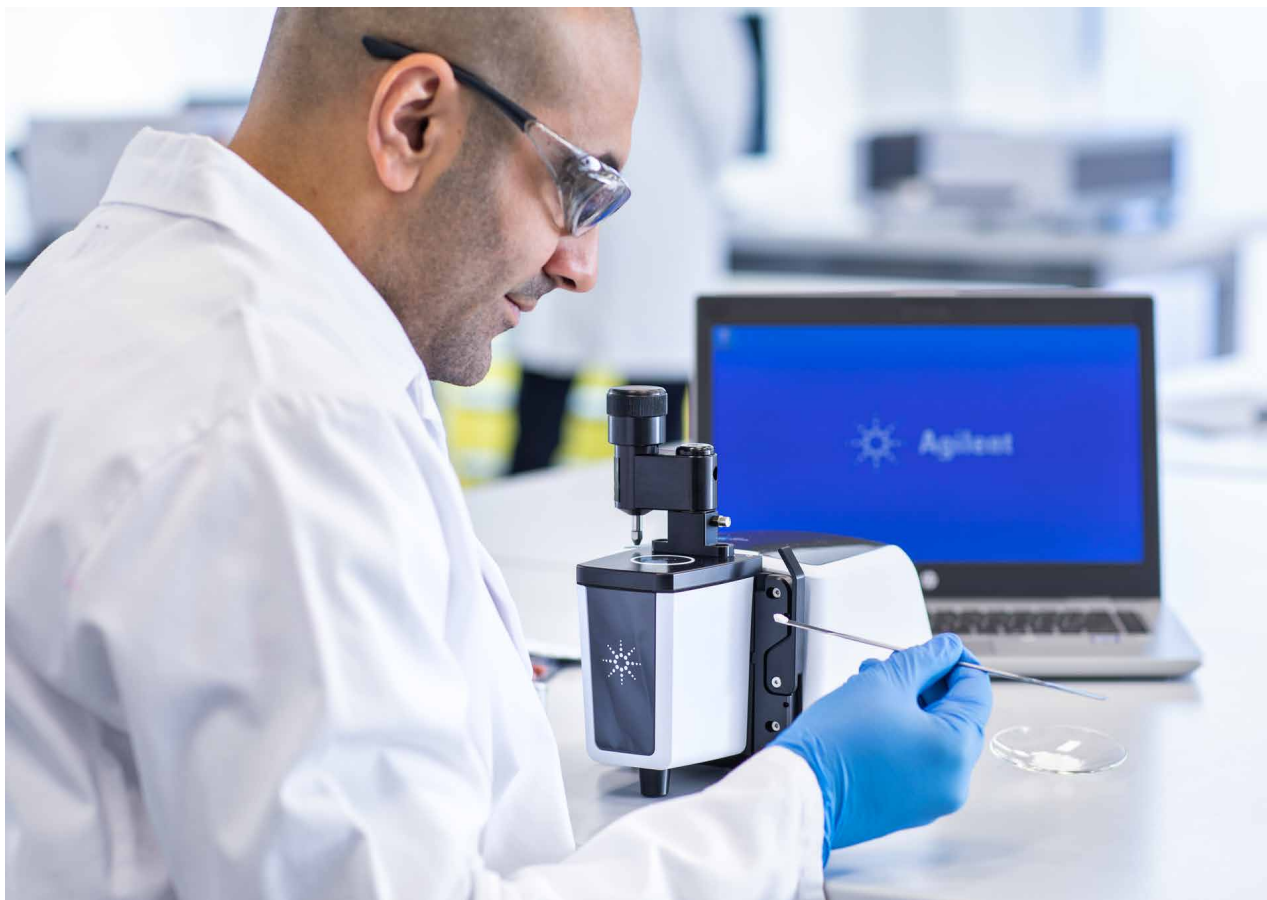


図 1. Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計。超コンパクトな設計 (設置面積 20 × 20 cm、重量わずか 3.6 kg) の Cary 630 FTIR は、必要に応じて容易に使用することができ、LIB 受け入れ原材料の高品質な分析結果を提供します。

実験方法

ワークフロー

ルーチン LIB 結合剤材料同定メソッドの開発と試験を図 2 に示します。

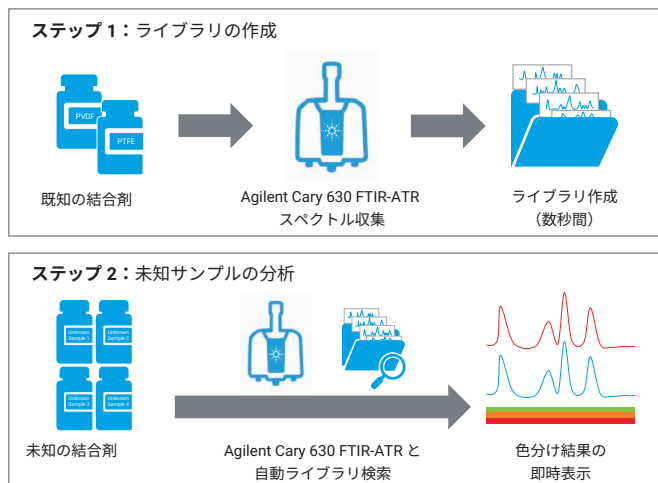


図 2. Agilent Cary 630 FTIR と Agilent MicroLab ソフトウェアを使用した LIB 結合剤の同定ワークフロー

機器とライブラリ作成

ワークフローのステップ 1 に示すように、本研究では、アジレントのダイヤモンド ATR モジュールを搭載した Cary 630 FTIR 分光光度計を使用しました。この機器を用いて、PVDF と PTFE の 2 種類の結合剤材料に対する「ユーザー生成 LIB 結合剤」スペクトル参照ライブラリを作成しました。「参照」材料はともに、SP2 Scientific Polymer Products Inc. (ニューヨーク州、米国) から入手しました。表 1 にスペクトル取り込みパラメータの詳細を示します。

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

パラメータ	設定値
メソッド	ライブラリ検索
使用ライブラリ	ユーザー生成 LIB 結合剤ライブラリ
検索アルゴリズム	類似性
スペクトル範囲	4,000 ~ 650 cm^{-1}
バックグラウンドのスキャン回数	32
サンプルのスキャン回数	32
スペクトル分解能	4 cm^{-1}
バックグラウンド収集	空気
ゼロフィル係数	なし
アポダイゼーション	HappGenzel
位相補正	Mertz
色分けされた信頼度のしきい値	緑 (高信頼度) > 0.95 黄 (中信頼度) 0.91 ~ 0.95 赤 (低信頼度) < 0.91

サンプル

ワークフローのステップ 2 に示すように、表 1 に記載のパラメータを用いて、4 種類の結合剤を「未知化合物」として分析しました。サンプルには、3 種類の PVDF 結合剤と 1 種類の PTFE 結合剤が含まれており、すべて TOB Company (同安区、廈門市、福建省、中国) から購入しました。

ソフトウェア

Cary 630 FTIR 分光光度計は、Agilent MicroLab ソフトウェアを用いて操作しました。このソフトウェアは、直感的な画像インタフェースを備えており、サンプル導入からデータ取り込みと最終レポート作成に至るまでの分析プロセスをユーザーにガイドします (図 3)。



図 3. Agilent MicroLab ソフトウェアは、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計の操作を簡略化します。このソフトウェアは手順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、ユーザーベースのエラーのリスクを最小限に抑えます。

結果と考察

結合剤サンプルは、少量の固体材料を Cary 630 FTIR 分光光度計の ATR 結晶上に直接配置して分析しました。良好な接触を確保するために、軽く圧力をかけました。測定完了後、次のサンプルに備えて、ATR 結晶を軽質溶媒で洗浄して拭き取りました。

MicroLab ソフトウェアは、内蔵の類似性アルゴリズムを使用して、自動的にヒットクオリティインデックス (HQI) を算出します。HQI 値は、取得したサンプルスペクトルが、ユーザー生成ライブラリの参照スペクトルとの程度一致しているのかを示しています。HQI 値は、材料同定や確認ワークフローで、合格/不合格の基準としてよく使用されています。

類似性アルゴリズムを用いることにより、4 種類の未知サンプル (サンプル 1 ~ 4) すべてが、それぞれの容器ラベルに記載の結合剤タイプに従って、正確に同定されました。ただし、PVDF サンプル (1 ~ 3) 間では HQI 値にばらつきが観察されました。表 2 に示すように、PVDF-210 と PVDF-5130 はそれぞれ、0.96271 および 0.96713 の HQI 値を示しており、スペクトルの一致度が高いことを示しています。PVDF-6020 は、0.90741 とわずかに低い HQI 値を示しましたが、これは参照サンプルと比較して、ポリマーのグレードや組成に違いがあることを反映している可能性があります。PTFE-104 (サンプル 4) も、0.98345 という高い HQI 値で正確に同定されており、これは良好なスペクトル一致と信頼性の高い一致を示唆しています。

表 2. Agilent Cary 630 FTIR-ATR と類似性検索アルゴリズムを使用して取得された結合剤の同定結果

「未知」サンプル	サンプル名	材料同定	ヒットクオリティインデックス
1	PVDF-210	ポリ (フッ化ビニリデン)	0.96271
2	PVDF-5130	ポリ (フッ化ビニリデン)	0.96713
3	PVDF-6020	ポリ (フッ化ビニリデン)	0.90741
4	PTFE-104	ポリ (テトラフルオロエチレン)	0.98345

Cary 630 FTIR は、ユーザー定義の HQI しきい値に基づいて色分けされた信頼性を示すインジケータを表示することにより、結果の解釈を簡略化します (図 4)。本研究では、HQI 値が 0.95 を超える結果は緑色で表示されて、優れたスペクトル一致を示しており、サンプルの材料同定の信頼性が大幅に向上しました。この視覚的フィードバックは、完全自動化されたライブラリ検索および結果表示と組み合わせることにより、Cary 630 FTIR を高速かつ信頼性の高い材料同定のためのターンキーソリューションへと転換させます。サンプル配置から最終結果まで、MicroLab ソフトウェアは、ユーザーの解釈の必要性を最小限に抑えて、エラーのリスクを低減し、生産フロアでの迅速な意思決定を支援します。

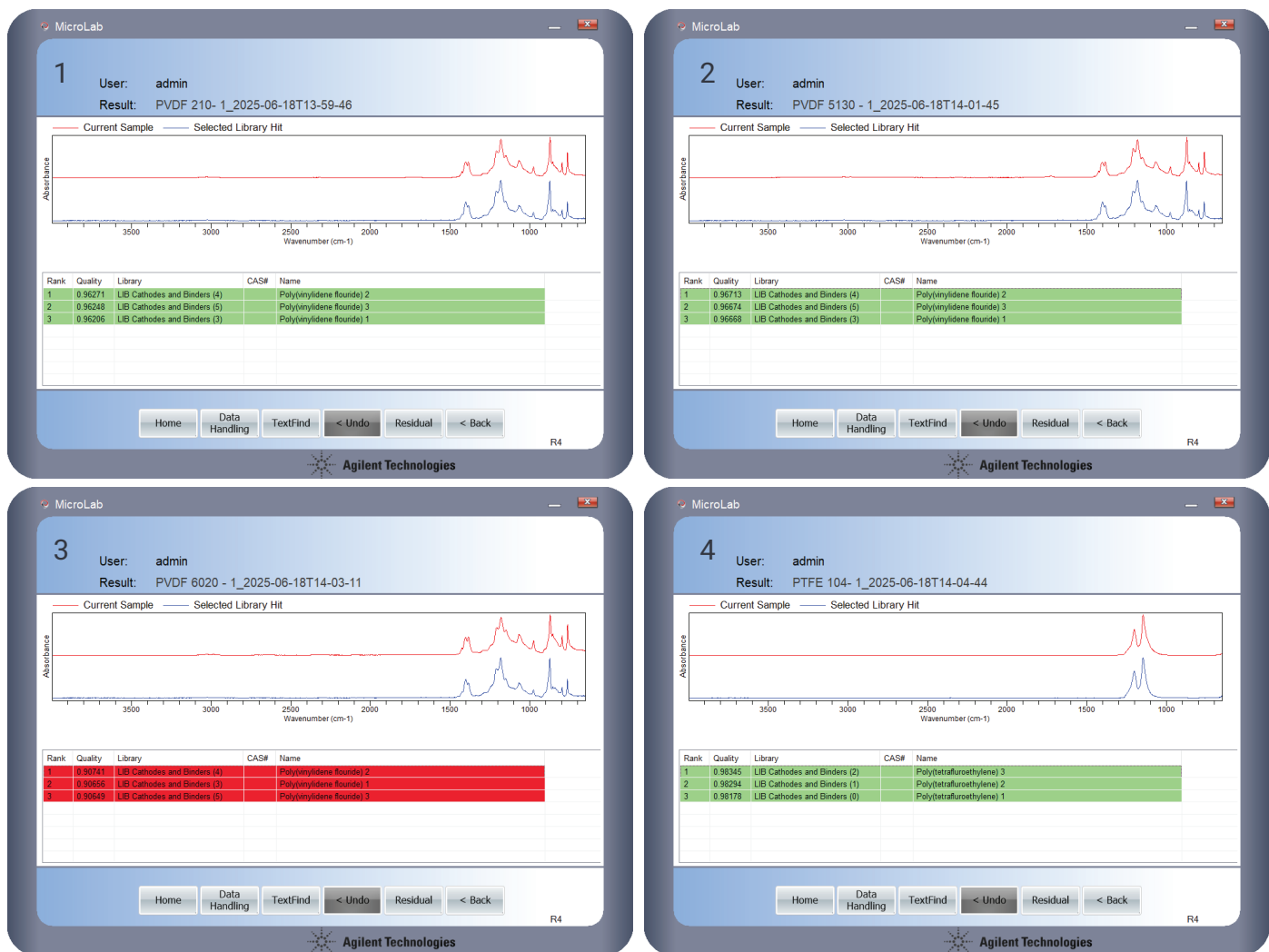


図 4. Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計を用いた 4 種類の LIB 結合剤サンプルの同定結果。赤色の線は、未知サンプルの測定スペクトルを示しており、青色の線は、対応するライブラリ一致を示しています。図の下の表には、各サンプルのヒットクオリティインデックス (HQI)、使用した参照ライブラリ、および同定された材料が示されています。

PVDF 多形相の特性解析

FTIR 分光分析は、主に α 、 β 、 γ の多形形態で存在する PVDF の結晶相を識別するための有用なツールです。各相は、分子配座の違いにより、特徴的な IR 吸収バンドを示しています。¹

- 非極性の α 相は通常、溶融加工により形成されており、763、795、855、976、1,149 cm^{-1} のピークで同定され、熱力学的に最も安定であると考えられています。
- 強圧電特性と強誘電特性で知られる β 相は、840、1,275、510 cm^{-1} に特徴的なピークを示しており、センサやアクチュエータのアプリケーションに最適です。

- 中間特性を有する γ 相は、812 および 1,234 cm^{-1} 付近のピークで観察されており、延伸やアニール処理などの特定の処理により誘導することができます。

図 5 に示すように、Cary 630 FTIR で分析した 3 種類の未知 PVDF サンプルは、 α 相に対応する IR 吸収ピークを示しており、非極性の特性が確認されました。FTIR は、これらの固有の振動特性に対して感度が高いため、QC 試験には不可欠です。また、結合剤を含む新規材料の開発にも有用であり、研究者やメーカーが、先進技術における性能向上のために特性を調整することができます。

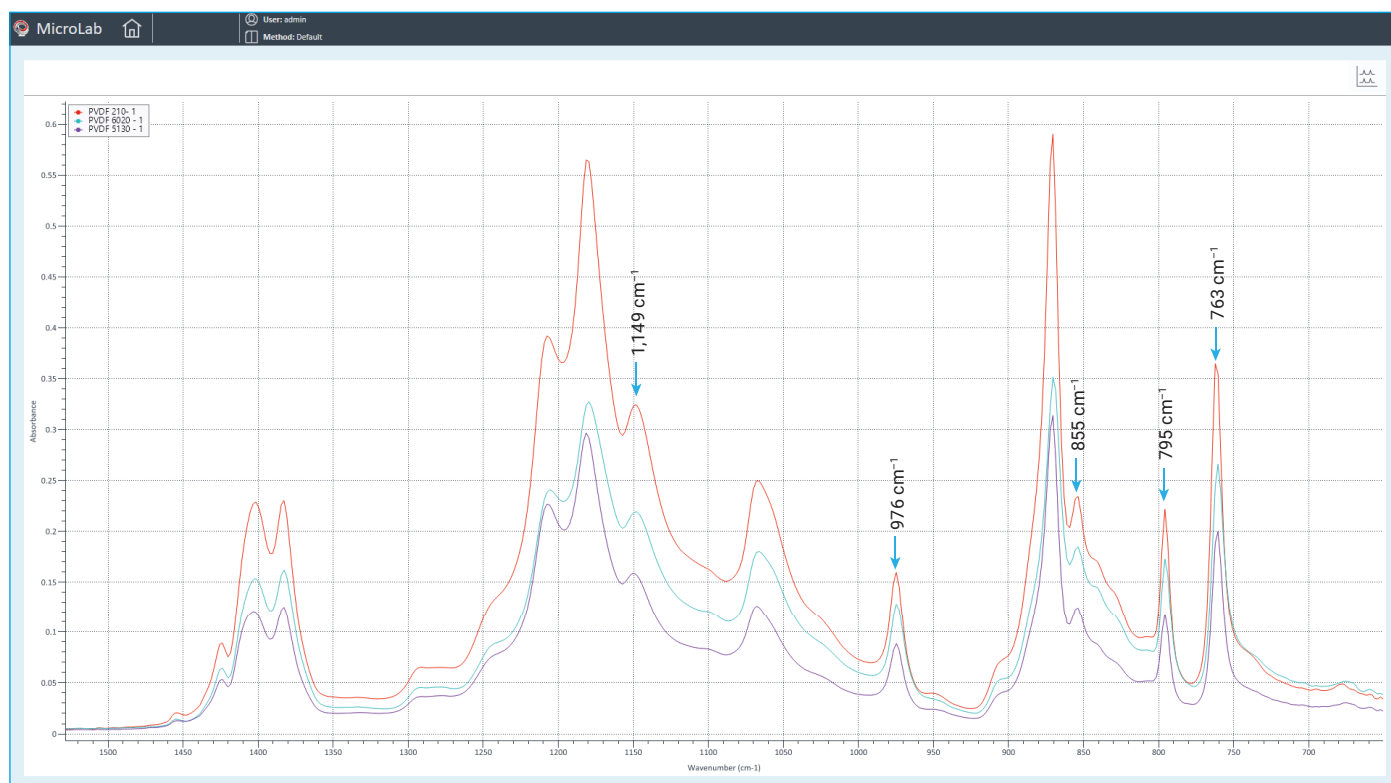


図 5. Agilent Cary 630 FTIR で分析した 3 種類の PVDF サンプルの重ね表示。 α 相の IR 吸収に対応するピークを示しています。

結論

Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計は Agilent MicroLab ソフトウェアを用いて、リチウムイオン電池の品質管理（QC）ワークフローにおける代表的なアプリケーションである、電極結合剤材料の同定に対してシンプルなソリューションを提供しました。

MicroLab ソフトウェアを使用することにより、2 種類の既知の「参照」サンプルの分析に基づいて、結合剤材料用のスペクトル参照ライブラリを迅速に作成することができました。その後、異なるサプライヤからの 4 種類の「未知」結合剤が、FTIR メソッドを用いて正確に同定されました。ただし、1 種類のサンプルでは、信頼性スコアが低く赤色で表示されており、参照サンプルと未知サンプル間でポリマーのグレードや組成に違いがある可能性を示唆しています。

Cary 630 FTIR により、生産チームと QC チームは以下のことを実施できるようになります。

- スペクトルライブラリの容易な管理による、新規材料やサプライヤへの迅速な適応
- 直感的な画像ガイドと色分けされた合格/不合格の結果を用いた、受け入れ原材料の同定の確認
- 材料の誤表示や汚染の検出
- 電極性能や電池製造歩留まりに影響を与える可能性のあるバッチ間ばらつきのモニタリング

Cary 630 FTIR は、コンパクトでモジュール式的设计により、グローブボックスなどの生産環境に導入することができます。その使いやすさにより、材料の一貫性を確保して、プロセスの中断を最小限に抑え、リチウムイオン電池製造における高い基準を維持するための有用なツールとなります。

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。

DE-008225

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2025
Printed in Japan, August 1, 2025
5994-8465JAJP

参考文献

1. Cai, X.; Lei, T.; Sun, D.; Lin, L. A Critical Analysis of the α , β and γ Phases in Poly(Vinylidene Fluoride) using FTIR. *RSC Advances* **2017**, 7(25), 15382–15389.

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