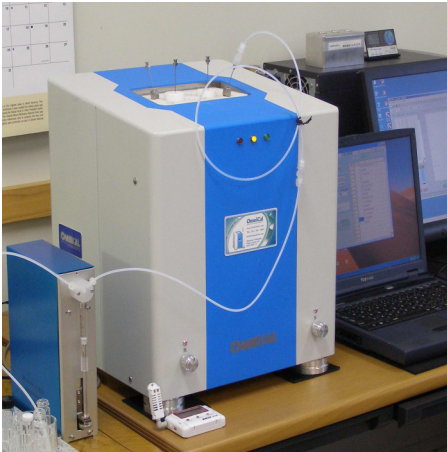


Technical Note テクニカルノート LIB-09/1 2017-09-17

Title: 18650_LIB 電池まるごと比熱測定 SuperCRC による落下法

Fig_01 : SuperCRC 小型反応熱量計



現在、製造販売されている熱量計で18650や20700などのリチウムイオン電池をまるごと熱量測定可能な唯一のシステムはSuperCRC (OmniCal Houston USA) です。

試料容器として口径20.7mmの15mL_Vial瓶を使用するので同サイズの18650や20700がセット可能です。従ってSuperCRCは18650_LIBを落下方式による比熱測定が可能です。

18650_LIBで比熱測定するには、恒温槽内で温度を安定化させた18650_LIBを温度保持していかに迅速に熱量計チャンバにセットアップするかがポイントです。

Fig_02に示すようにCRCには口径18mmφ長さ200mm蓋付試験管を反応容器として使用する治具があります。

この治具使って18650_LIBをSuperCRCのチャンバーに投下すれば落下式熱量計として使用可能になります。

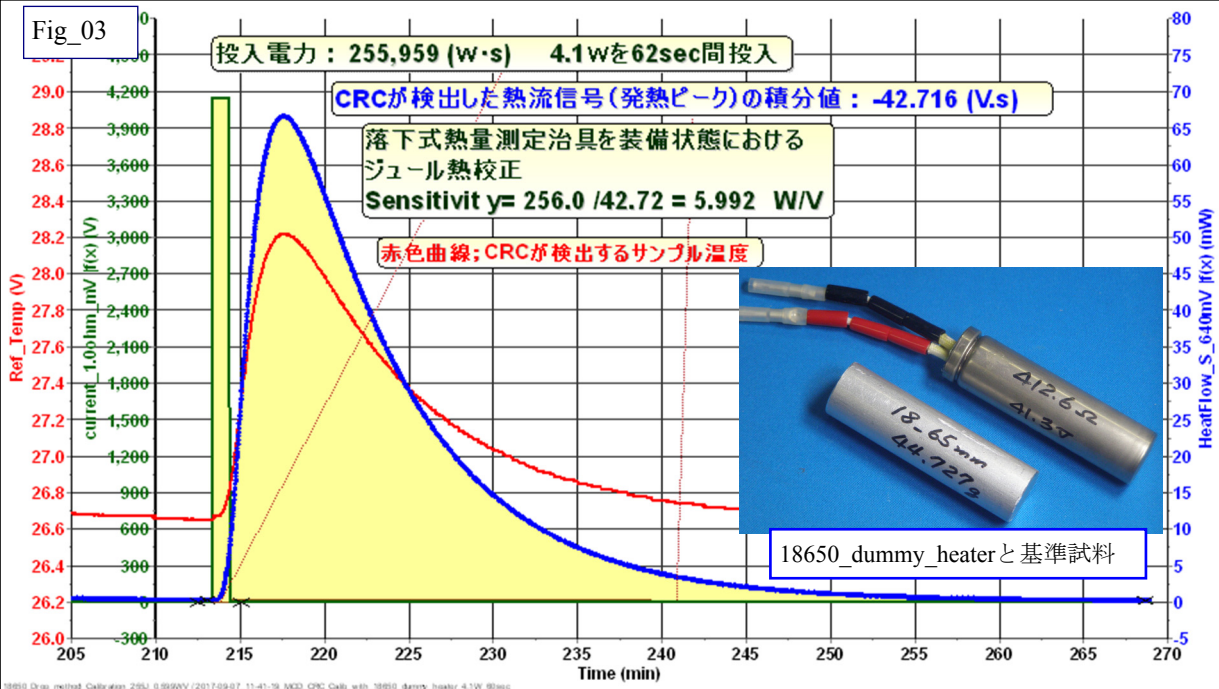
Fig_02 : 口径18mm試験管リアクタ治具



この治具をSuperCRCに取り付けると、熱流検出感度が変化します。18650_LIBと同じ形状のダミーヒータを使って、SuperCRCをジュール熱校正をします。熱流感度として5.99W/Vが得られました。

18650_LIBがチャンバーに落下するとき2%程度の熱が放熱します。このロス分の放熱量を補正するため、18650_LIBと同じ形状の円筒アルミブロックで得られた比熱の実験値と文献値 (Cp : 0.900J/gK) の違いを求め、放熱による減少分の補正係数を求めます。この事例では補正係数K=1.029 (2.9%増し) となっています。

Fig_03



ダミーヒータによるジュール熱補正と基準試料(Al)によるCp値の比較係数を求めることが必要です。

PalMetrics 株式会社パルメトリクス
〒357-0038 埼玉県飯能市仲町12-9 YKS飯能駅前ビル
電話 042-978-8655 FAX 042-978-8664

Technical Note テクニカルノート LIB-09/2 2017-09-17

Title: 電池まるごと比熱測定 標準試料(アルミニウム)による検定

Table_02: 18650校正用アルミブロック比熱測定

実験No.	ΔT=T1-T2	Cp J/(gK)	Weight g
01	7.29	0.874	45.025g
02	7.39	0.868	45.189g
03	7.54	0.882	45.025g
04	7.64	0.875	45.189g
05	7.79	0.875	45.025g
06	7.88	0.874	45.189g
平均		0.8747	
補正係数		K=1.029	

Fig_04で得られた測定データから比熱Cpを求めるには

- ①18650_LIBの落下後に発生する発熱量J/gを算出。
- ②落下前の測定試料温度T1を0.01℃単位で読取。
- ③落下前のヒートシンク温度T2を0.01℃単位で読取。温度差ΔT=②-①を求めます。

$$Cp = \frac{\text{①で得られたJ/g}}{\text{②,③で得られた}\Delta T}$$

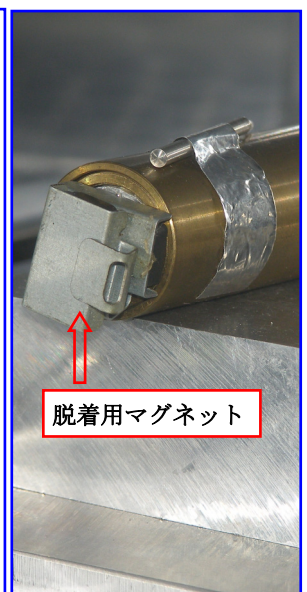
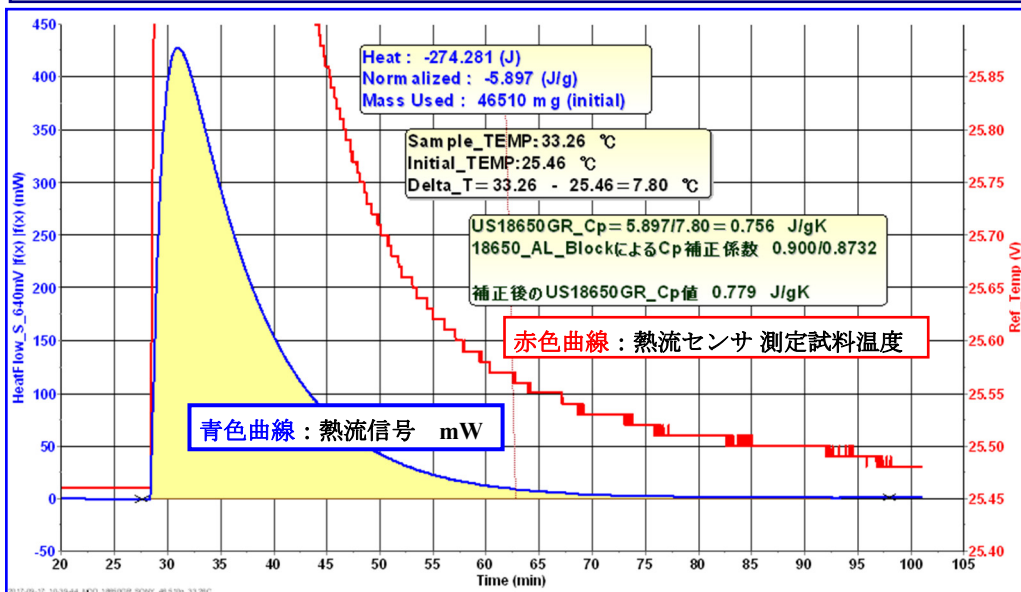
ここで得られたCp値は落下中の放熱ロス分によりCp値が数% (この事例では2.9%) 低くなっています。

そこでTable_02で得られた基準試料AlブロックのCp値0.8747J/gKとAl_Cp文献値 0.900J/gKの比を求めます。

$K = 0.900 / 0.8747 \approx 1.029$ で補正します。

Fig_05 : US18650GR (LIB) 4.0V 46.510g 比熱測定 CP=0.779 J/(gK)

Photo_01:



Photo_01は18650_LIBを内径18.1mm外径22mm長さ200mmの真鍮製パイプに収納し、さらに内径22.2mm外径25.5mmの真鍮製パイプに挿入し、恒温槽内のアルミブロックに載せて温度を一定としています。

18650_LIBを収納ケース (真鍮パイプ) の表面温度と真鍮パイプの置き台 (アルミブロック) の2箇所を白金抵抗体 (PT100)で0.01℃単位でデータロガーに読取ります。

2箇所の指示温度は0.1℃ほど異なっていますが、PT100の位置を切替えても温度指示値は変わらないことから、PT100の特性の違いと判断し、2個のPT100の平均値を18650_LIB温度としています。

恒温槽の18650_LIBを真鍮パイプごと、SuperCRCに移動します。幸いにもパイプ内の18650_LIBは磁石で固定できます。SuperCRCの試料挿入口で脱着用マグネットを引き抜くと18650_LIBがチャンバー内部にスムーズに滑り落ちます。途中で18650_LIBがパイプ内でスムーズに落下しない場合、得られるCp値が低くなります。このような場合は、データ解析をするまでもなく、実験が失敗と判断します。



落下式でCp測定する場合、最も重要なことは、測定サンプルを恒温槽内で十分な時間安定化させること、およびスムーズにCRCチャンバーに投入させることです。