

題名	容量低下バッテリーの再生技術研究		
実施者	FRCCP RAS*	期間	2021/4~2022/3

### 課題

#### <取り組んだ課題>

②自動車の新素材、新技術採用へのリサイクル対応

#### <目的>

バッテリーのセル形状を維持したまま容量回復させる技術開発により、容量低下バッテリーのリサイクル費用を低減する。

#### <FY20成果>

バッテリーリサイクルはRecovery(本研究)、Separation、Refinementの3つがあるが、現在のところ、Refinementの一部が実施されるのみである。リサイクル料金低減のために非破壊での再生が理想であるが、これまで有効な手段がなかった。

本研究ではセル形状を維持したまま、負極の超臨界CO2洗浄および、Liドープにより、容量が約80%まで低下したセルが約90%まで回復する事を見出した。

#### <課題>

- ①-1.負極・SEI \*\* : 超臨界CO2洗浄・容量回復後のセル内部抵抗上昇
- 2.負極・Li欠損 : Liドープ剤副反応
- ②開発した正極(関西大)と負極(FRCCP RAS)回復フロー統合および効果の確認

#### <取組体制>

FRCCP RAS                      Dr. Daniil Itkis  
 日産自動車総合研究所 中村雅紀、白鳥一幸、菱谷佳子、戸田貴子

#### <取り組み>

- ①-1.超臨界CO2用耐圧セル作成・効果確認 および 新規洗浄液の探査
- 2.新規負極ドープ剤検討
- ②正負極連携フローの構築\_正極手法のクロスチェック

\* FRCCP RAS  
 N.N.Semenov Federal Research Center for Chemical Physics of Russian Academy of Science  
 ロシアの国立研究所；ロシア科学アカデミー、ロシア連邦セメフ化学物理研究センター、

\*\* SEI Solid Electrolyte Interface, 負極電極界面にできる被膜

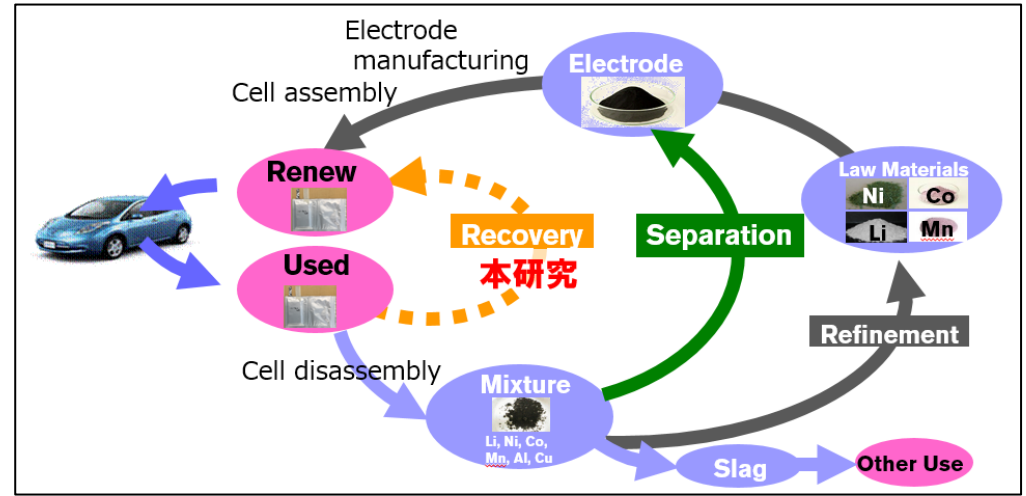


図1バッテリーリサイクルの流れ

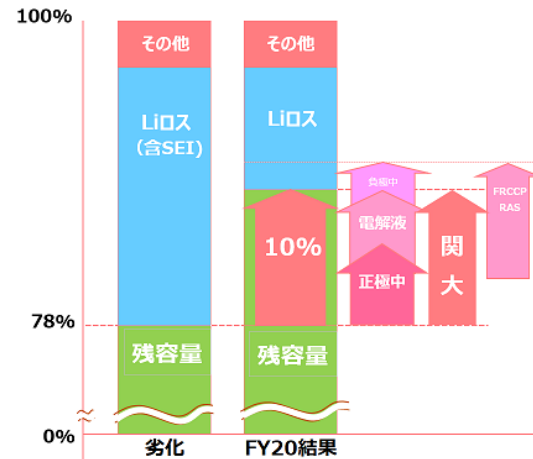


図2 回復処理による容量の回復比率

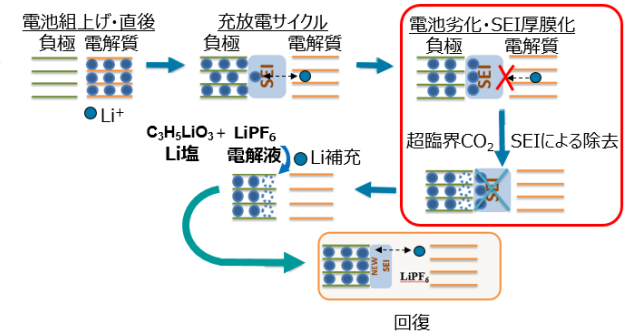


図3 負極洗浄による容量回復メカニズム

題名	容量低下バッテリーの再生技術研究		
実施者	FRCCP RAS	期間	2021/4~2022/3

## 結果

### 取り組み①-1. 超臨界CO<sub>2</sub>用耐圧セル作製・効果確認 および 新規洗浄液の探査

負極劣化要因SEI洗浄用超臨界CO<sub>2</sub>処理用に開発した専用耐圧セル（図4）にラミネートセルをセットし、洗浄及び回復確認試験を実施した。併せて新規洗浄液のアセトニトリルを図5に示すシリンダーを用いて注入し、負極洗浄を行った。

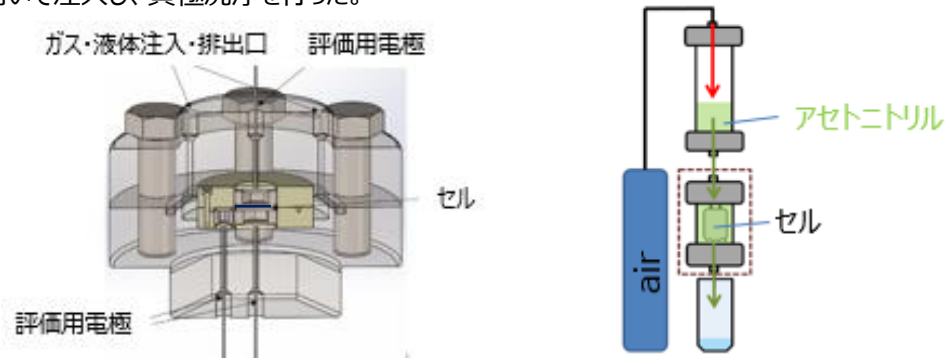


図4 超臨界CO<sub>2</sub>処理専用耐圧セル 図5 アセトニトリルによるセル洗浄法

SEI除去の指針となるセル洗浄液中のLi量を分析した。（図6 ①）超臨界CO<sub>2</sub>では950μgおよびアセトニトリルでは830μgと双方同等のLi量が検出され、SEIが除去出来たと判断した。次に洗浄後のセルの内部抵抗を計測した。（図6 ②）超臨界CO<sub>2</sub>洗浄では内部抵抗の上昇が生じたが、アセトニトリルではセル抵抗の上昇は許容範囲内である事が確認された。よって、新規洗浄液としてアセトニトリル溶液を選定する。

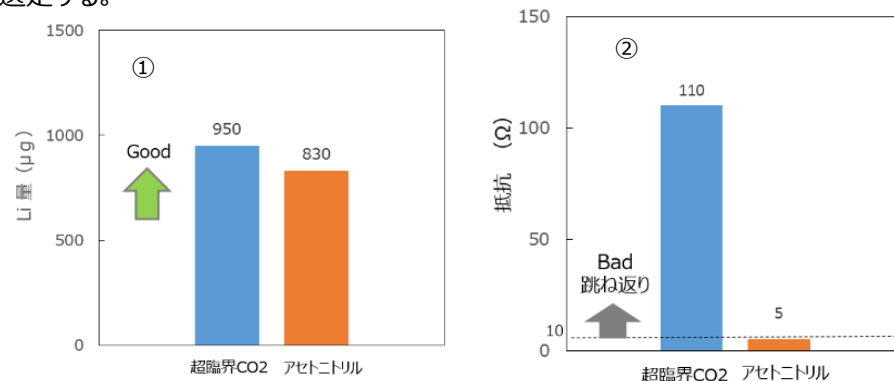


図6 SEI除去・洗浄液中Li分析結果

### 取り組み①-2：新規負極ドーパ剤Li<sub>3</sub>N検討

FY20 に乳酸Liを負極Liドーパ剤として検討したが、サイクリックボルタンメトリー試験で反応ピークが確認され、電解液との副反応による劣化が想定された。そこでFY21では、副反応のピークがないLi<sub>3</sub>Nを新たに検討を行った。劣化セルにLi<sub>3</sub>Nを挿入した結果を図7に示す。Li<sub>3</sub>Nの挿入により約10%劣化した電池容量が回復し、Li<sub>3</sub>Nの効果を確認した。よって、負極Liドーパ剤としてLi<sub>3</sub>Nを選定する。

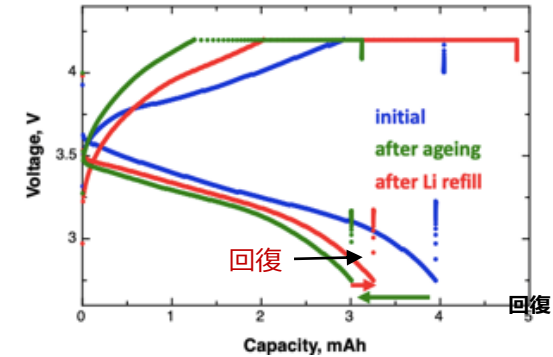


図7 負極用Liドーパ剤;Li<sub>3</sub>N効果確認

### 取り組み②：正・負極統合手法の構築\_正極手法のクロスチェック

正負極連携フロー構築のため、FRCCP RASで正極Liドーパ剤候補として選定されたリチウムナフタレード誘導体を使用したNMC容量回復効果の確認、関西大でLi<sub>3</sub>Nドーパ剤の検証を行った。今回は、双方劣化バッテリー回復せず、再現結果は得られなかった。これは、回復手法の順序やバッテリー構成材料の影響と考えている。今後、統合部手法検討は、関西大学で検討していく。

#### <将来の展望>

正負極双方の回復手法の統合・最適化および電池メーカーとの連携し、容量回復技術を事業化検討を行う。

#### 次年度以降の取り組み

##### －関西大：統合回復手法検討－

- ・正負極双方を回復可能な最適容量回復手法提案

##### －電池メーカーVE-Jとの連携開始－

容量回復技術を事業化する上で想定される課題の把握

- ・回復処理可能な缶の設計・工程検討、コスト試算

#### 最終的なアウトプット（2023年3月）

- ・容量低下したバッテリーの正・負極容量回復可能な手法提案・事業化検討結果