

# Cryo-FIB-SEM法と昇華処理を組み合わせた電極スラリーの観察

凍結した試料の断面観察により、液中の固体成分の分散・凝集状態を可視化できます。

## 凍結した電池正極スラリーのFIB加工断面の観察

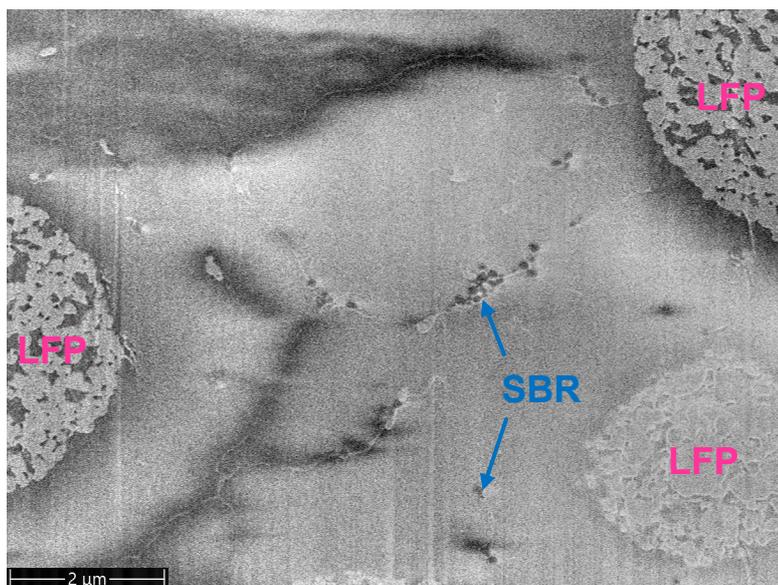
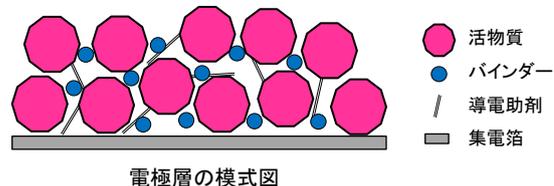
リチウムイオン電池の電極スラリーは活物質の他に導電助剤やバインダーを水もしくは有機溶剤に混練することで作製します。その後、塗工、乾燥工程を経て、電極層となります。スラリーの塗工性は、スラリーの粘性に影響し、スラリーの粘性は、活物質・導電助剤・バインダーの分散状態に関係すると考えられます。また、導電助剤の分散状態は、電極層の導電性に影響すると考えられます。そのため、スラリー中の固体成分の分散・凝集状態を評価することが重要です。

液中の固体成分を観察する方法の一つに、試料を凍結し、Cryo-SEM（凍結状態を維持したまま）で観察する方法があります。今回、水系正極スラリーをスラッシュ窒素※で凍結し、FIBにより作製した断面をSEMで観察し、LFPやSBRと考えられる粒子を可視化できました。

### 【正極電池スラリーの構成】

- ・活物質：リン酸鉄リチウム (LFP)
- ・バインダー：スチレン・ブタジエンゴム (SBR)
- ・導電助剤：カーボンナノチューブ (CNT)
- ・増粘剤：カルボキシメチルセルロース (CMC)
- ・水

※)液体窒素中に固体窒素が分散した状態のことです。液体窒素よりも急速冷凍が可能とされています。

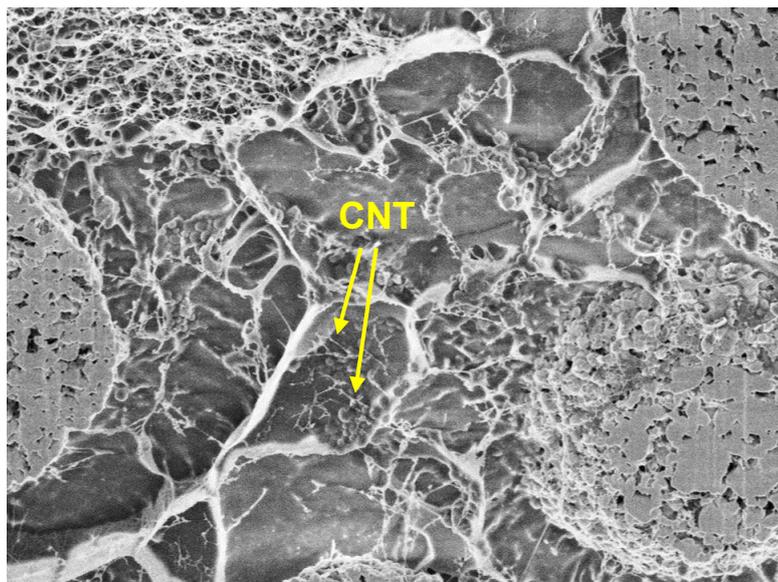


FIB加工断面のSEM像

## FIB加工断面の水の昇華処理

さらに液中の成分をより明確に現出させる方法として、FIB加工断面の水（凍結状態を維持）の昇華処理があります。昇華処理により、断面奥行方向の形態を可視化できます。今回、同視野のFIB加工断面をSEMで観察しました。

昇華前のFIB加工断面では評価できなかった、CNTと考えられる繊維状の形態を、昇華処理により観察できました。



FIB加工断面の水を昇華させた後のSEM像

