

収差補正STEMによるLIB正極・負極のLi挙動調査

リチウムイオン二次電池開発における微細構造解析

充放電による活物質の微細構造変化を追跡することは、リチウムイオン二次電池(LIB)の開発上、有効な手段です。従来LIB開発で使用されているSEM/TEM観察やXRD分析に加え、高分解能収差補正STEM観察と高エネルギー分解能EELS分析(エネルギー分解能:0.3eV)を組み合わせることで、さらに詳しく解析することができます。分析は全て大気非暴露で行なうため、より正確な情報を得ることが可能です。下記に、具体的な事例をご紹介します。

観察事例 — 正極 —

● LiMn_2O_4 正極の微細構造

HAADF(High Angle Dark Field)像やABF(Annular Bright Field)像により、原子レベルでの観察が可能です。

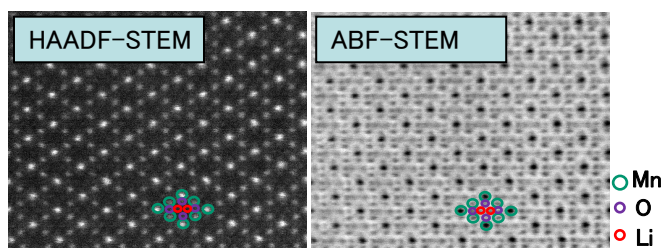


図1 LiMn_2O_4 正極のSTEM像

● LiMn_2O_4 正極の微小領域の状態評価

EELS分析により、活物質の周縁部と内部で、Mnの価数が異なることがわかります。

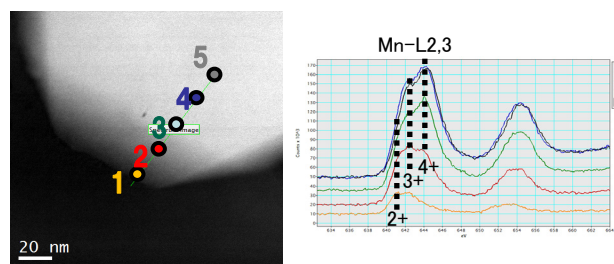


図2 LiMn_2O_4 正極のSTEM-EELS分析

観察事例 — 負極 —

● 充電状態Si負極中のLiの挙動

充電40%のSi負極を大気非暴露のままSEM観察・TEM観察することで、活物質内部に変質部(非晶質)が確認できました。EELS分析およびMappingを実施することで、変質部がLi-Si合金層であることが判明しました。

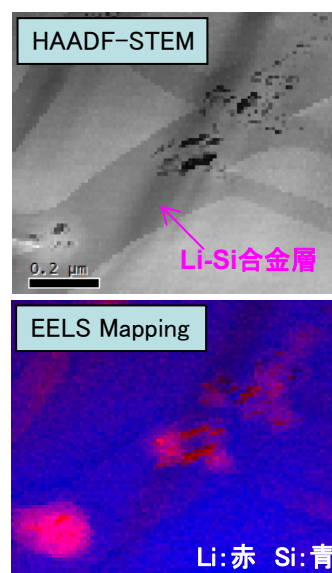
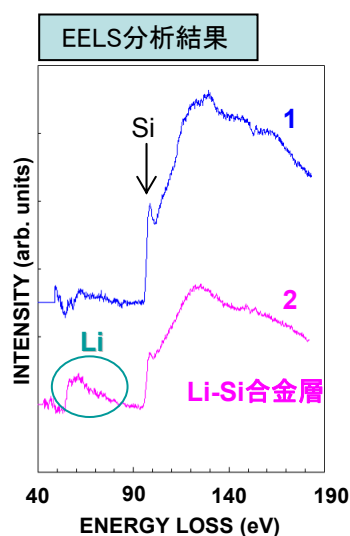
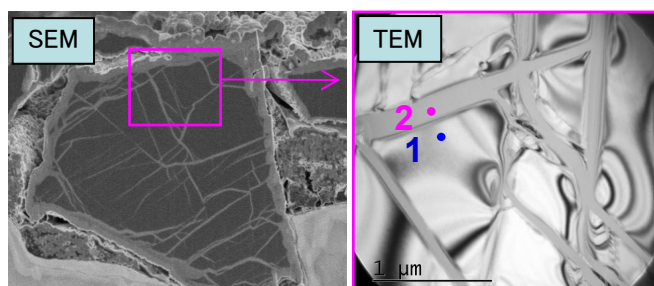


図3 Si負極(充電40%)の分析結果(SEM像, TEM像, STEM像, EELS分析, EELS Mapping)