



リチウムイオン二次電池負極におけるSEI皮膜構造解析

リチウムイオン二次電池(LIB)の性能に影響するSEI皮膜の構造解析をお手伝いいたします。

SEI(Solid Electrolyte Interface)は、リチウムイオン二次電池の初期充電過程において、電解液や添加物の分解によって負極上に形成するLi化合物です。負極と電解液の界面において、Liイオン挿入脱離を容易にする役割を果たす一方で、容量低下の原因ともなりうるため、SEIの形成を制御することが、リチウムイオン二次電池の開発においては不可欠です。

SEIの分析手法

SEIの分析手法として、NMR(核磁気共鳴分光)法、XPS(X線光電子分光)法、TEM-EELS法(透過電子顕微鏡による電子エネルギー損失分光法)などが挙げられます。

手法	手順概要	期待されるアウトプット	
NMR法	①SEI抽出処理(重水) ②H、F、P、C-NMR	皮膜物質構造推定	従来法
XPS法	①XPS分析 ②XPS深さ方向分析	NMR、TEM法の補足データ	従来法
TEM-EELS法①	①クライオFIB法によりTEM薄膜形成 ②TEM-EELS分析、電子回折	皮膜厚さ、結晶性有無、物質推定	従来法
TEM-EELS法②	①専用電極作成 ②専用セルでの充電 ③TEM-EELS分析、電子回折	TEM-EELS法①でのFIBダメージ軽減 充電前後での状態比較	新手法

この中でTEM-EELS法②は、TEM観察用に加工した電極を用いて充放電試験を行い、SEIを形成させる手法で、SEI形成後に加工しないため、FIB加工中のダメージによりSEIが損傷・消失してしまうリスクを考慮する必要がありません。また、SEI形成前と形成後に同じ場所を観察できるため、SEI形成前後の比較が可能になります。

SEIの観察・分析例

TEM-EELS法②によるSEIの観察・分析例を示します。写真1は充電前のSi活物質、写真2は充電25%のSi活物質のTEM像です。写真2で観察されたSEIは均一な層ではなく、Si活物質上にランダムに成長しており、厚みは約500nm程度でした。area1から取得したEELS分析結果(図1)と電子回折図形を解析した結果、微結晶のLi₂Oであると確認されました。

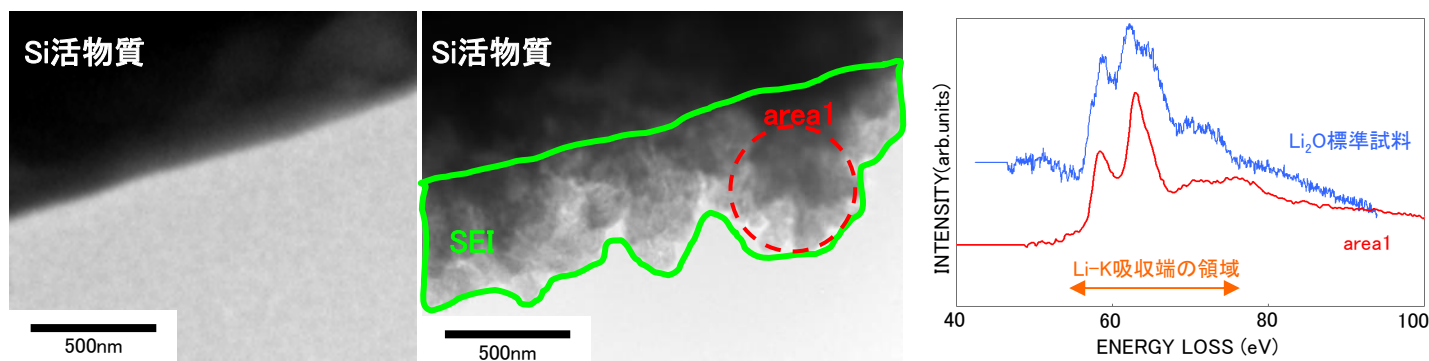


図1 EELSスペクトル
area1のLi-K吸収端はLi₂O標準試料のスペクトルと形状が近似している。

電池試作、評価から劣化解析までお手伝いいたします

当社では、材料評価のための電池試作から、電池劣化メカニズム解明のための解体調査・分析までをお手伝いいたします。ご不明な点など遠慮なくお声をおかけください。



JFE テクノリサーチ 株式会社

<http://www.jfe-tec.co.jp>

0120-643-777

Copyright ©2015 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.
本資料の無断複製・転載・webサイトへのアップロード等はおやめ下さい。