



# FE-EPMAによる電極材料の分析事例

リチウムイオン二次電池電極材料の微量元素分布を高感度で迅速に調査できます。

電池用電極材料中に微量に添加された遷移金属の分布状態や均一性を把握することは、電池性能を向上させるために重要です。電子線マイクロアナライザー (FE-EPMA) を用いると、エネルギー分散型X線分析 (EDX) 等では分析困難な微量元素の分布を高感度で調査できます。

また、当社は、実験室レベルで合成された極微量粉末試料の断面を加工する技術を確立することにより、FE-EPMAによる微量元素分布を可視化することを実現いたしました。

## 正極活物質の断面における元素マッピング分析

サブミクロンの正極活物質粒子の断面の、微量に添加されている遷移金属 (Cr) や不純物元素の分布を、高分解能FE-EPMAにより直接観察することが可能です。酸化物原料粉末の製造プロセス開発や品質管理する上で粒子間の濃度差や粒子内の成分偏析などを調査する方法として有効です。

この正極活物質はリチウムマンガン系酸化物で、数100nmの粒子が凝集し、10 μm オーダーの二次粒子を形成しています (写真1)。波長分散型X線分析 (WDX) による定性分析により、Mn, Oの他に微量のCr, Alに加えてCa, S, Si, Naも検出され (図1)、さらに元素マッピングすることで、二次粒子の中にはMnとCrが相補的に変化する部分 (A部) があること、ベースのAlに約0.3mass%の濃度差 (B部とC部) がある領域や、Alリッチな粒 (D部) が確認されました (図2)。

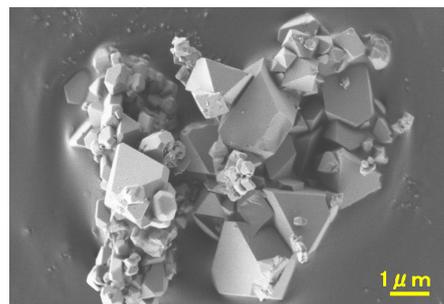


写真1 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉末の形態

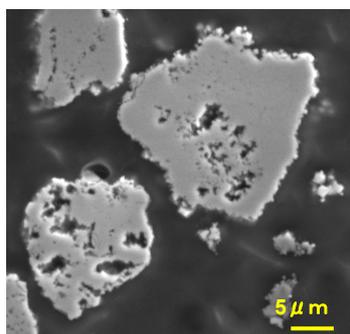


写真2 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 断面二次電子像

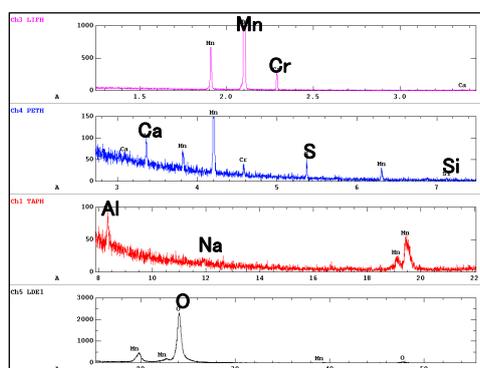


図1 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>正極活物質のWDSスペクトル (B点)

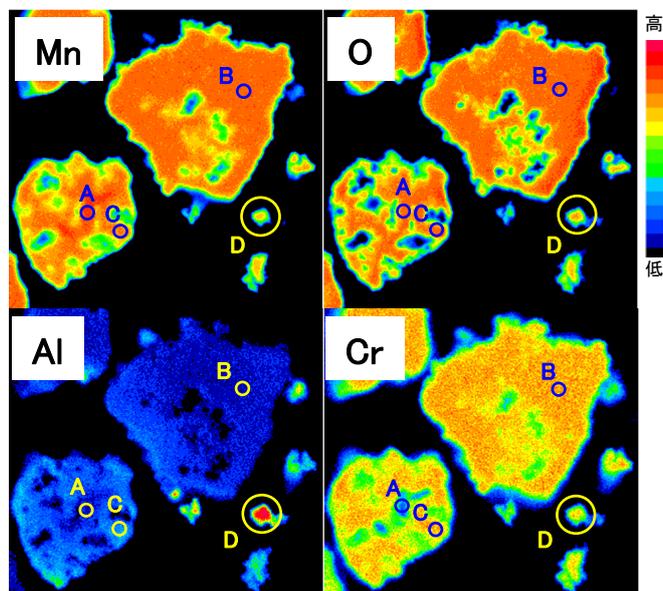


図2 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>正極活物質のFE-EPMAによる元素マッピング

表1 ZAF補正による定量分析結果 (mass%)

分析点	Mn	O	Cr	Al	Na	Ca	S	Si	Total
A	58.1	35.9	1.4	0.2	-	-	-	-	95.8
B	55.6	36.1	3.9	0.2	0.1	0.1	0.2	0.1	96.1
C	54.4	36.5	3.7	0.5	0.3	0.2	0.3	0.1	96.0

Li : 3.86 mass%と仮定



JFE テクノリサーチ 株式会社

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

0120-643-777

Copyright ©2013 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。