

直播回放 | 徕卡制样设备在锂电池材料制备中的应用

直播回放

徕卡制样设备在锂电池材料制备中的应用

武素芳
Application Specialist
2020年6月11日



From Eye to Insight



Leica Microsystems | 徕卡显微系统
400-050-0502 | www.leica-microsystems.com/cn

内容简介

锂电池材料结构对电池性能影响极大，如材料内部孔隙分布/大小，掺杂等对电池材料的充放电，蓄电能力等影响极大，在此次报告中将会分享如何将锂电池粉体材料剖开，如何将极片内部掺杂，填充暴露无余，如何将锂电池隔膜断面完整无损切开观察缺陷，并会分享此类材料制样前处理的小技巧。

讲师介绍

主讲人：武素芳

徕卡公司LNT部门

应用工程师

武素芳，徕卡显微系统（上海）贸易有限公司LNT部门应用工程师，从事电镜及电镜制样工作九年，培训千余单位客户。在售前制样交流和售后培训中对接触到种类丰富的样品，并积累了种类繁多的样品的制备和观察方法和经验。

直播内容概要

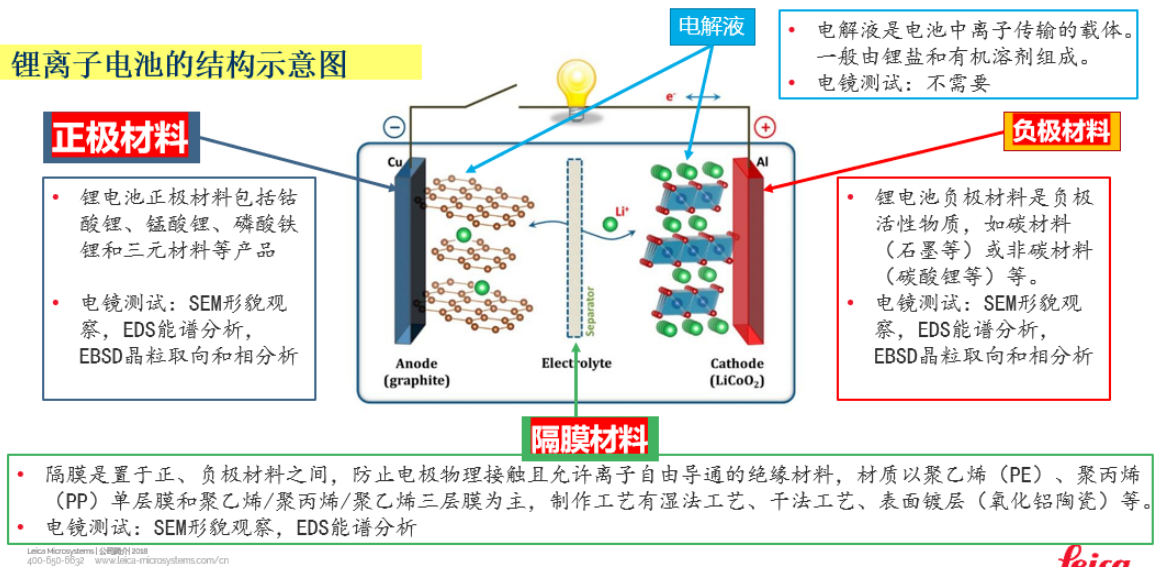
介绍的主要内容有徕卡制样设备制备锂电池样品的流程，根据正负极材料，隔膜材料，及其存在方式不同，有对应的制样方式。还根据锂电池样品，比如纯锂，含量比较高的镍的正极材料，比如碳酸锂这种负极材料，不能接触空气，怎么解决这类样品的制样？正负极材料，不干燥的条件下如何实现电镜观察？甚至隔膜在湿的状态下，其制样及观察流程，都会给大家介绍一下。介绍完制样流程之后，会给大家分享实际的应用案例。

首先我们来看锂离子电池的结构：

电镜样品制备实验中常遇到的锂电池样品类型

3

锂离子电池的结构示意图



对于扫描电镜观察来说主要涉及三个方面：正极材料，负极材料和隔膜材料。

隔膜材料比较特殊，与正负极材料相比来说，其导电性能非常差，因为它属于高分子材料。在其制备过程中，既要保证制备出平整断面，又要保证电镜观察时的导电性。

锂电池材料断面制样的基本流程：

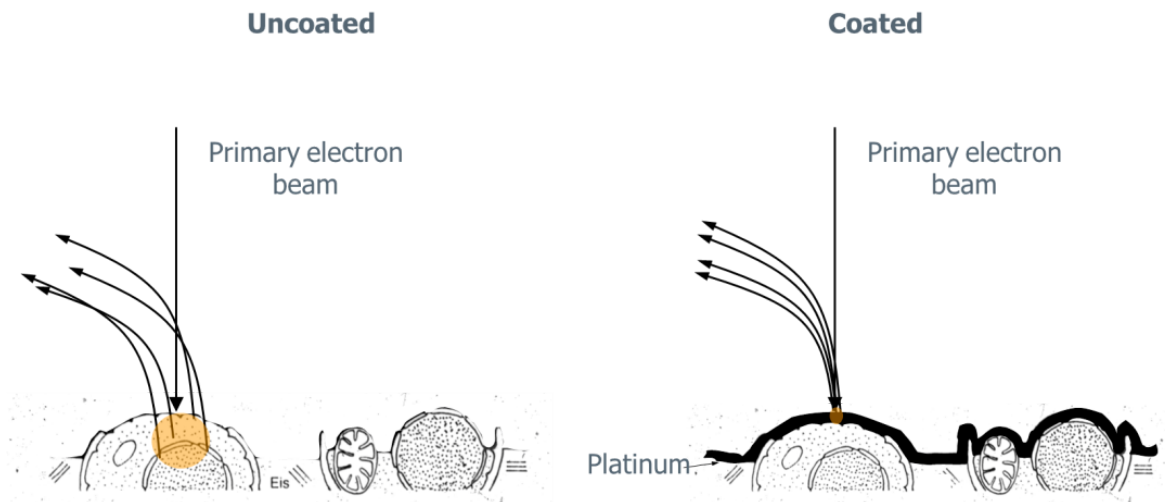


Leica Microsystems | 公司电话: 400-550-8832 | www.leica-microsystems.com/cn

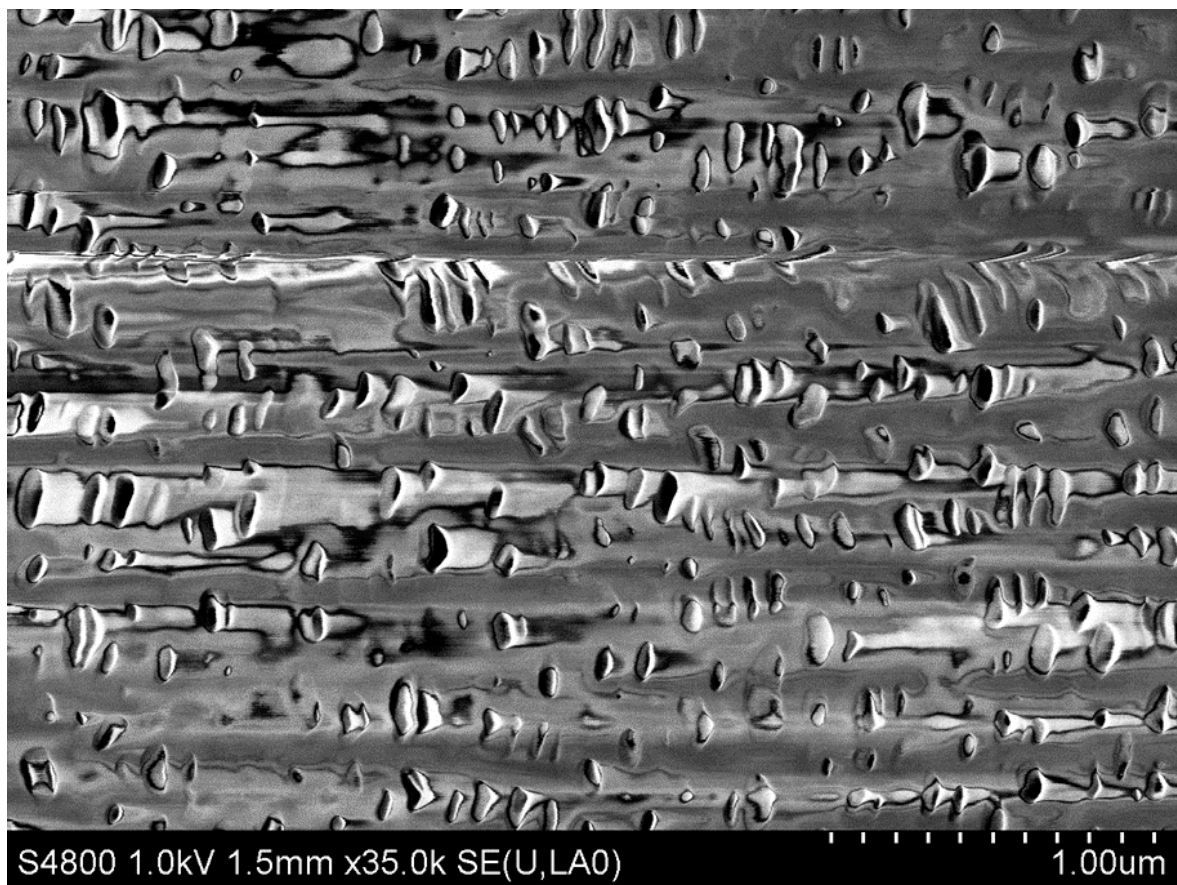
Leica

针对不导电的隔膜材料, 镀膜的必要性:

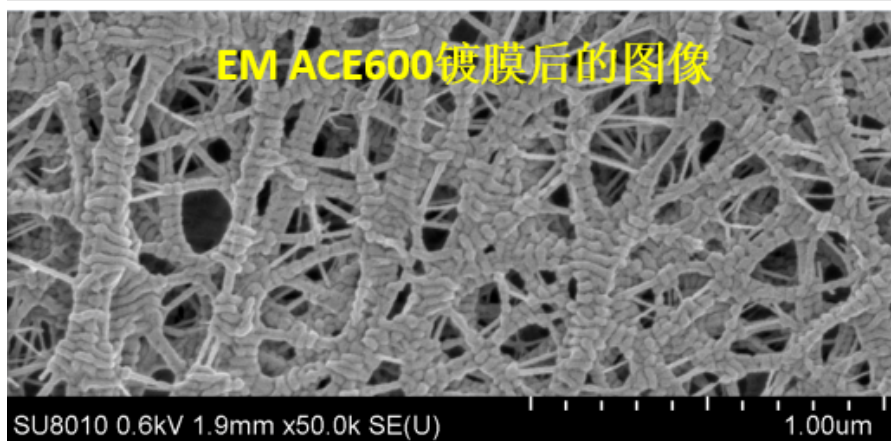
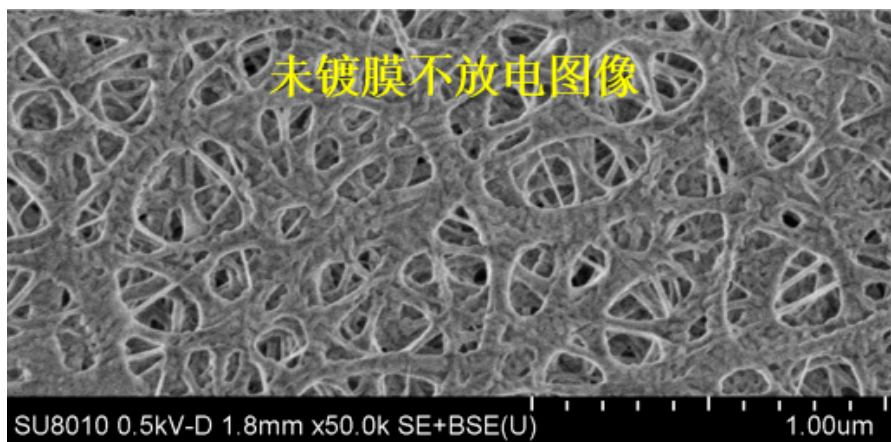
- 扫描电子显微镜成像
- 增加导电性, 减少荷电效应
- 增强二次电子/背散射电子信号的信噪比
- 减少电子穿透, 仅产生表面信号
- 增加导热性, 减少样品辐照损伤
- 降低操作难度



荷电现象: 不导电样品, 入射电子和出射电子数量不对等, 图像扭曲变形、图像亮暗条带、失真, 失去本来面目。如下图:



下图为湿法隔膜样品。未镀膜与经Leica EM ACE600镀膜仪喷镀后对比图：



Leica EM ACE600镀2nm Pt膜，图像明亮，景深更好，Pt的二次电子信号激发效率要远高于高分子材料，孔洞内部的信号也被激发出来，立体感和景深更好。

锂电池应用实例：

锂电池正极极片：

还可利用Cryo-BIB-SEM技术，实现锂电池截面冷冻切割及冷冻传输进入冷冻扫描电镜的制样流程：



Leica EM VCM
冷冻工作站



Leica EM TIC3X
离子切割仪



Leica EM ACE600
冷冻镀膜



Leica EM VCT500
真空冷冻传输

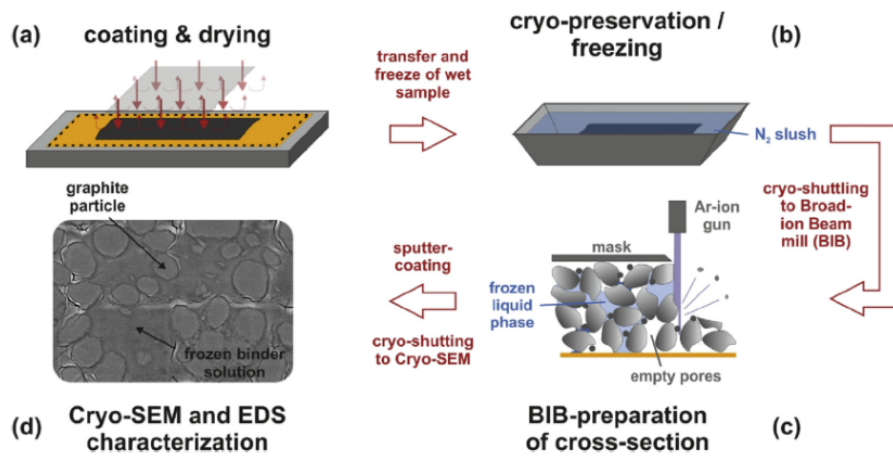


Fig. 1. Illustration of the sample preparation procedure. (a) Initially, wet electrode films are dried convectively; (b) After a predefined time interval, the coated foil is cryo-preserved through submersion into a slushy nitrogen bath. From this point on, sample processing and transfer is exclusively conducted under cryo-conditions; (c) A smooth cross-section is prepared through broad ion beam (BIB) slope-cutting. All parts of the sample that are not protected by a mask are sputtered by three Argon-ion beams, leaving a smooth, planar electrode cross section; (d) Subsequent to sputter-coating with tungsten, the sample is characterized by Cryo-SEM and Cryo-EDS.