

STXMによるLIB正極の化学状態マッピング

走査型透過X線顕微鏡(STXM)は、約40 nmの空間分解能で価数、化学状態のマッピングができる。LIB材料の分析において、任意の表面や粒界での劣化分析や、粒子間での充電深度の評価などに有用である。

STXM → ナノスケールのイメージングXAFS

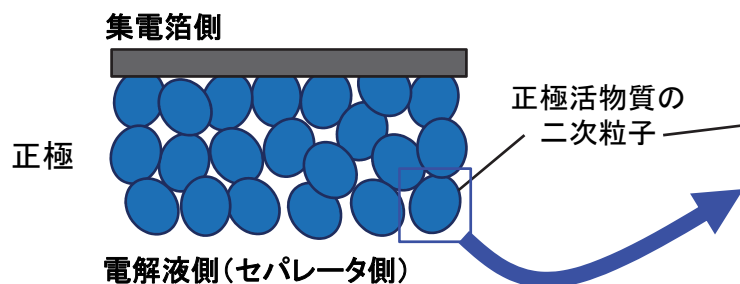
(走査型透過X線顕微鏡)

- 空間分解能: 約40 nm
- 主な測定対象元素: C, O(K端) Ti, Mn, Fe, Co, Ni, Zn(L端)など

LIB正極のSTXM分析

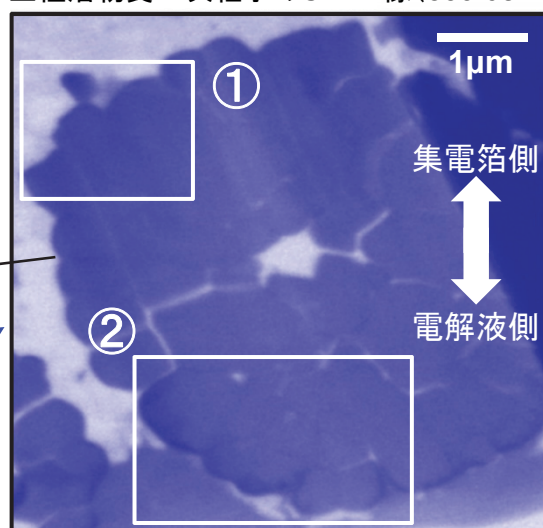
試料: $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05})\text{O}_2$ (充電: 4.2 V (vs. Li/Li^+))

- 正極活物質1粒子に着目
- Ni L_3 端を測定し、Niの価数を評価



正極活物質粒子のうち、①正極内部および、②電解液界面付近の粒子表面の状態分布に着目

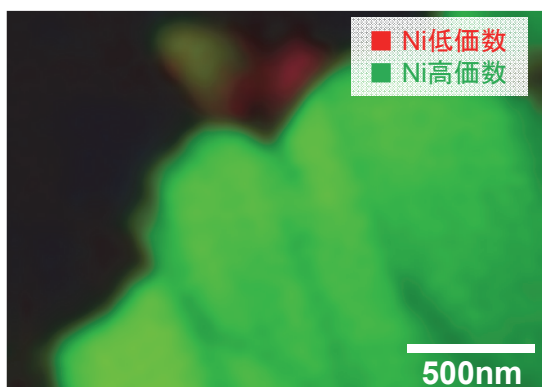
正極活物質二次粒子のSTXM像(853.6eV)



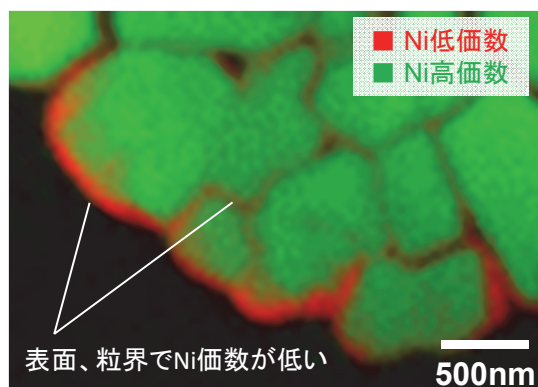
LIB正極の化学状態マッピング

スペクトル解析により化学状態ごとの空間分布を視覚化

① 正極内部の活物質粒子



② 電解液界面付近の活物質粒子



同じ二次粒子でも、内部(①)より電解液側(②)で、表面や粒界でのNi価数の低い領域を確認

- : $\text{Ni}^{2+} \sim \text{Ni}^{3+}$ (未充電→劣化層の可能性)
- : $\text{Ni}^{3+} \sim \text{Ni}^{4+}$ (充電状態として妥当)

劣化層と思われるNi低価数領域の空間分布を数十nmオーダーで評価可能