

リチウムイオン二次電池表面のキャラクタリゼーション ～正極～ 〈ナノサーチ顕微鏡〉

ナノサーチ顕微鏡 (SFT-3500シリーズ) は光学顕微鏡、走査型共焦点レーザー顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡 (以下、SPM) の機能を1台で実現する画期的な顕微鏡です。観察範囲として、ミリメートルからナノメートルをシームレスに観察・計測可能です。対物レンズとSPMのカンチレバーを同一の光軸上で切り替えでき、光学観察にて指定した位置を逃すことなく、SPM観察が可能です。また、SPM観察では高分解能形状観察に留まらず、試料表面の粘弾性や電気特性に起因する局所領域の物性情報も併せて画像化する他の顕微鏡法にない特長を兼ね備えています。これまで複数の顕微鏡・計測装置を使用しても困難であったキャラクタリゼーションを、SFT-3500が1台で可能にします。



ナノサーチ顕微鏡 SFT-3500シリーズ

電流モードを用いた正極断面の形状・導電性マッピング

リチウムイオン二次電池は複数の構成部材が精密に組み合わせられ製造されています。中でも重要な電極(正・負)は活物質やバインダー等の複数の材料が混合して形成されています。活物質が本来持つ特性を引き出すためには、各種電極材料の混合状態・接触状態を解析することが極めて重要です。

今回は正極断面のSPM観察を実施するにあたり、表面形状とあわせて、導電性の大小の評価を実施した例を紹介いたします。SPMは高分解能の表面形状観察装置として使用される以外に極微細領域の物性情報を取得する使用法が現在、活発に進められています。

活物質/バインダー界面マッピングおよび導電性画像

今回は、正極断面の活物質/バインダー界面を観察しました。活物質/バインダー界面は、導電ネットワーク形成に重要な領域であり、その導電性の分布を微視的に観察することに成功しました。本試料は、場所によって表面の凹凸が大きいため、ナノサーチ顕微鏡SFT-3500で位置決めをしなければ、SPM観察が非常に困難な試料です。

図1は、レーザー顕微鏡機能による正極表面の観察像です。この像の任意の箇所を指定して、迷うことなくSPMの高倍率高さ画像を取得できます(図2)。電流モードを用いた導電性マッピングは、試料に電圧を印加しながら、導電性カンチレバーに流れる電流量を測定し画像化する手法です(図3)。

図4の重ね合わせ画像は、赤色部が導電性の良い(電流値大)部分を示しています。活物質だけでなくバインダー部にも導電性が良い領域があることが分かります。

今回の観察により電極構造の理解が進み、理想的な電池モデルの構築と更なる電池開発の高効率化・加速に、ナノサーチ顕微鏡SFT-3500が寄与すると考えます。

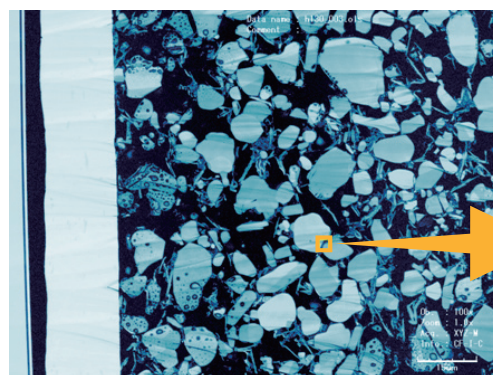


図1 レーザー顕微鏡画像(倍率約2400倍)

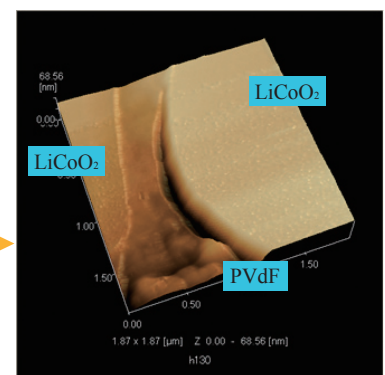


図2 SPM高さ画像(倍率約50,000倍)

LiCoO₂(コバルト酸リチウム): 活物質
PVdF(ポリビニリデンフロライド): バインダー

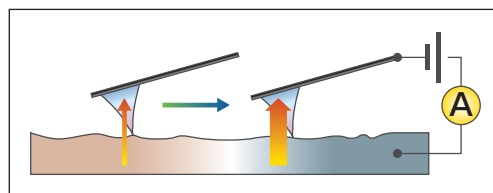


図3 導電性マッピング模式図

左側(茶色部)は導電性が低い(抵抗が大きい)ために、カンチレバーに流れる電流量は小さく、右側(灰色部)は導電性が高い(抵抗が小さい)ために、電流量が大きくなります。

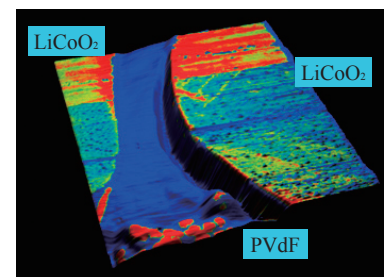


図4 SPM高さと導電性の重ね合わせ画像

試料提供: 株式会社住化分析センター様
リチウムイオン電池材料研究センター(LIBTEC)様
分析計測事業部マーケティング部