

电位衬度观测在锂离子电池材料领域的应用

电池行业作为新能源领域的重要组成部分，已经成为全球经济发展的新热点。锂离子电池目前用途最广，最有发展前途，是当今最佳的电池能源。锂电池负极材料的电性能决定于其内部结构、颗粒形态、表面性质等多种因素。其中表面性质对首次放电效率、高倍率充放电能力、电容量等都有重要影响。

锂离子电池工作时决定其表面电化学过程的是 SEI (Solid Electrolyte Interface) 机制,在对负极材料的表面 SEI 机制的研究中,一种方法是对负极材料表面进行包覆(如包覆有机聚合物)以改善其性能。所包覆的膜层很薄,通过传统的检测方式难以观察到,但是现在我们可以观察负极材料表面的电位对比度来研究膜层的包覆情况。

日立 SU8000 系列是日立公司推出的新一代高分辨冷场发射扫描电镜,分为四个型号,除 SU8010 外,其余三个型号都标配顶探头 (Top Detector),这也是与上一代电镜 S-4800 最主要的区别。顶探头除了用来接收高角度背散射电子信号观察成分衬度和结晶衬度外,还有一个重要的应用就是在减速模式条件下观察样品的电位衬度。

下面我们就用 SU8020 的顶探头观察锂电池材料的电位衬度。样品是粉末状的经过包覆的锂电池负极材料,直接撒在导电胶带上观察。

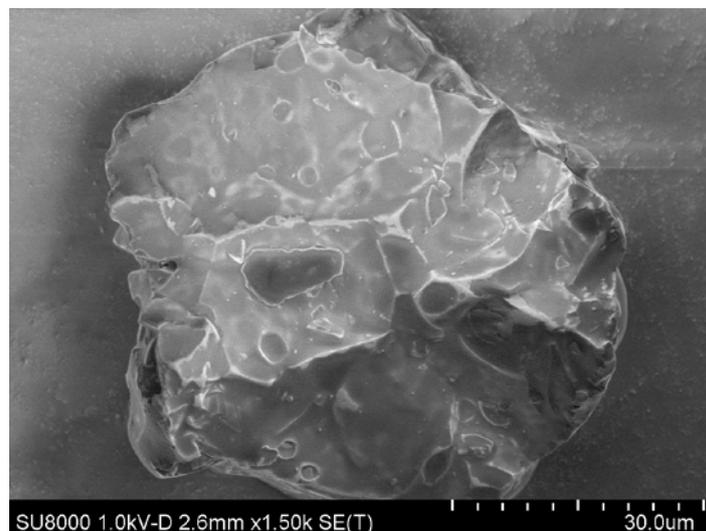


图 1 着陆电压：1kV，扫描模式：CSS 40s

首先，在减速模式下，将着陆电压设成 1kV，扫描模式用 CSS (Charge-up

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

Suppression Scan)，工作距离为 2.6mm，探头选顶探头，其余都为标准条件。此时图像中有明暗衬度的区域集中在颗粒表面起伏的边缘处，平坦区域的明暗衬度并不强烈，由于我们所关注的是平坦区域的细节，所以此时并非最佳参数。



图 2 着陆电压：0.5kV，扫描模式：CSS 40s

我们将着陆电压降低到 0.5kV，其余参数不变，相比图 1，平坦区域的明暗衬度更明显了，某些位置开始能看出网格状。

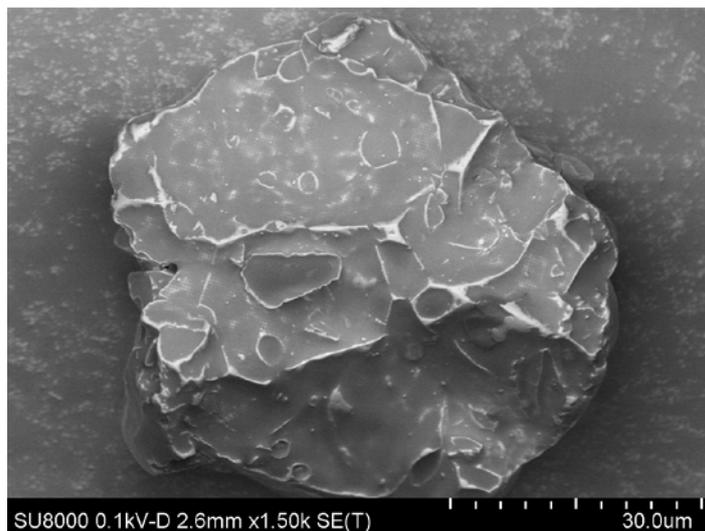


图 3 着陆电压：0.1kV，扫描模式：CSS 40s

我们继续降低着陆电压到 0.1kV，其余参数不变，相比图 2，平坦区域的明暗衬度已经非常明显了，网格状的区域更多了。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

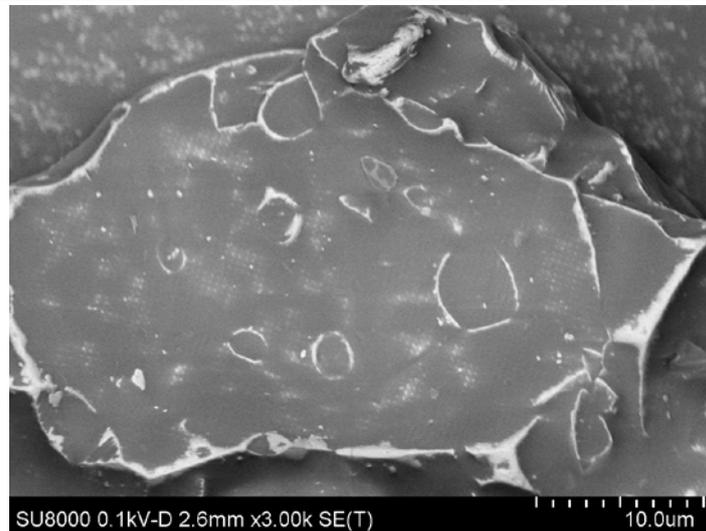


图 4 着陆电压：0.1kV，扫描模式：CSS 40s

我们将一块平坦区域放大观察，表面的细小网格非常清晰（图 4）。当入射电子束到达样品表面，由于所包覆的物质导电性差，相比周围区域电位更负，二次电子出射的更多，所以在图像上这些位置更亮。此时是最佳的观察条件。

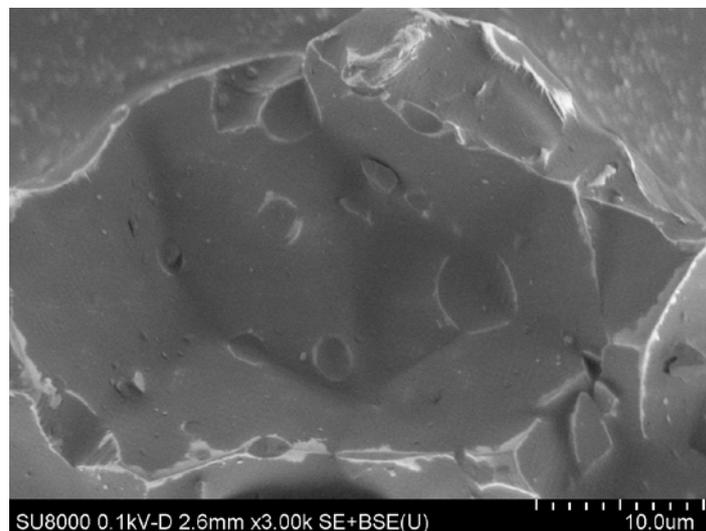


图 5 着陆电压：0.1kV，扫描模式：CSS 40s

我们再对比一下减速模式下上探头（Upper Detector）所得到的图像。在同一视野下，平坦区域并没有明显的明暗衬度。

通过上面的实验，可以得出，通过优化观察条件，顶探头可以获得较好的电位衬度图像，适合于对表面有电位衬度的样品进行分析，这是目前其它机型做不到的。