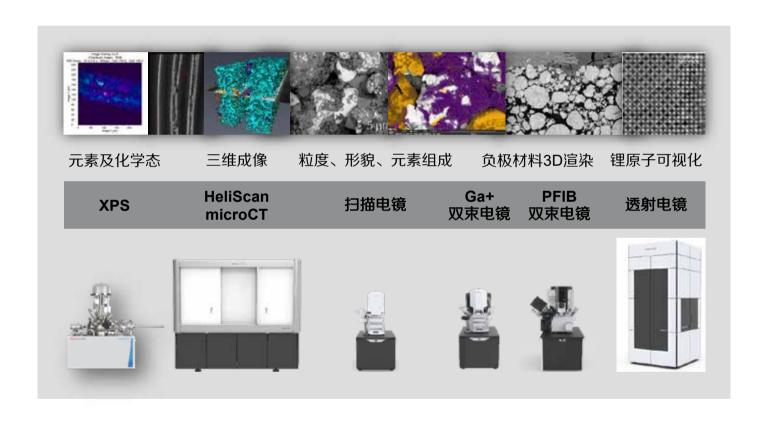


Thermo Scientific 赛默飞锂电池行业应用解决方案

锂电池行业应用解决方案

锂离子电池性能优良,已经广泛应用于小型电子产品中,在电动汽车和混合电动汽车领域以及储能领域也在不断发展中,这对保持环境清洁和节约能源具有重要意义。锂离子电池的主要组成部分包括正极材料、负极材料、隔膜和电解液等。电池材料与电池的测试评价和分析不仅对保证电池的质量非常重要,也直接影响到电动汽车的安全性和使用性能。赛默飞世尔科技有限公司提供成套的微观表征技术解决方案,实现对微纳米级结构的粒度、形状、成分的高精度分析,还能对多种尺寸的材料进行二维及三维的多尺度、高精度分析检测。该解决方案主要包含XPS、HeliScan microCT(多功能计算机断层扫描系统)、扫描电镜、Ga+双束电镜、PFIB双束电镜、透射电镜等部分。



锂离子电池正、负极材料表征

锂离子电池中,正负电极是储锂和进行嵌入/脱嵌锂离子反应的平台,电极材料对锂离子电池的性能有重要的影响。目前商业用的锂离子正极材料主要有:层状结构的钴酸锂(LiCoO $_2$)、尖晶石结构的锰酸锂(LiMnO $_4$)、层状结构的三元材料LiNi $_z$ Co $_y$ Mn $_z$ O $_2$ 和橄榄石结构的磷酸亚铁锂(LiFePO $_4$)。锂离子电池负极材料主要分为碳基材料和非碳基材料两大类。碳基负极材料又分为两类:石墨类材料,包括天然石墨、人工石墨和改性石墨;以及无定形碳材料,包括软碳(易石墨化)和硬碳(难石墨化)。非碳基负极材料包括硅寄材料、锡基材料、钛基材料、合金材料和过渡金属氧化物等。

赛默飞针对锂电池正、负极材料提供成套的二维及三维表征解决方案,该解决方案主要包含XPS、HeliScan microCT(多功能计算机断层扫描系统)、扫描电镜、Ga+双束电镜、PFIB双束电镜、透射电镜等部分。

X射线光电子能谱技术(XPS)

多款XPS解决锂电池电极材料研究过程中的多种问题,XPS常规测试得到电极材料的表面残留来评估电池材料质量, 而XPS深度剖析可评估电池材料循环使用的老化行为以及研究老化机理。

- K-Alpha高性能、大吞吐量XPS系统:高效、直观和性能优越的化学分析能力,用于表征材料表面和超薄薄膜;
- Nexsa多技术集成型高性能XPS系统:在保证高效的数据质量和样品测试量的同时,专门设计的多技术联合测试结合平台:
- ESCALAB Xi+多功能表面分析XPS系统: XPS微探针技术,用于定量XPS成像和多技术联合表面分析。基于可扩展功能、系统优化以及多分析技术的集成化平台,实现无与伦比的灵活性和完备的专业配置选项。

XPS针对锂电池正、负极材料表征,可提供以下信息:

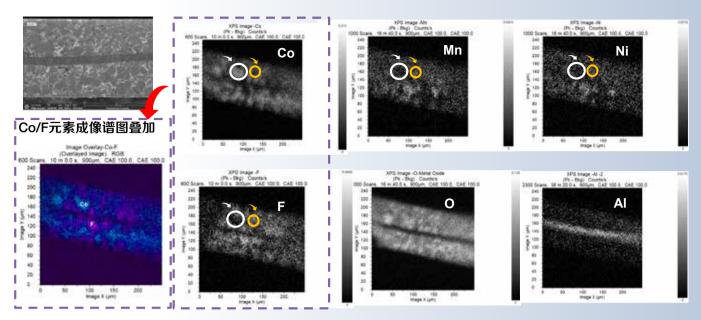
- 正极材料的组成元素以及各元素化学状态信息
- 正极材料杂质组分分析
- 负极材料及杂质的组分确定
- 石墨烯层厚
- 石墨氧化过程中的变化





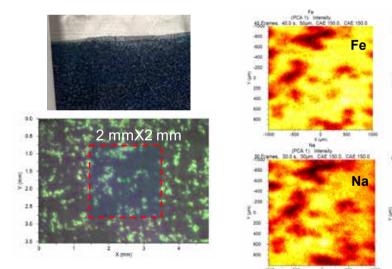


特征元素XPI测试 - 分析复合正极片中Ni/Co/Mn/胶黏剂分布情况

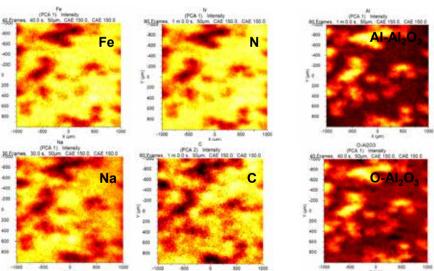


Co元素分布区域与Mn/Ni/F分布区域形成互补; Co/F成像谱图叠加可直观看到材料中胶黏剂成分的分布

XPS分析钠离子电池正极材料中异物及杂质成分



特色SnapMap快照成像功能: 1~2 分钟即可快速得到元素的面内成像分布图,实现高效XPS成像分析



结合光学视图,C/N/Na/Fe元素分布区域一致,分布在黑色区域;Al-Al $_2$ O $_3$ /O-Al $_2$ O $_3$ 元素分布区域一致,分布在白色异物颗粒区域,与C/N/Na/Fe元素分布形成互补

HeliScan microCT

HeliScan microCT多功能微计算机断层扫描成像系统,通过采用微焦点X射线源,可实现微米级甚至亚微米级的分辨率,既具备传统microCT的各种功能外,同时具备专利的大椎角螺旋扫描。迭代重建算法,可满足各种材料的三维无损检测分析需求,也可进行原位实验等。针对锂电池正、负极材料表征,可提供以下信息:

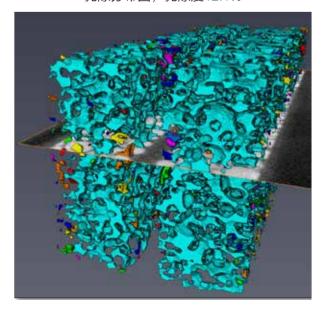
- 颗粒粒度3D分布
- 颗粒形貌3D分析(球形度)
- 颗粒表面粗糙度
- 孔隙度
- 孔隙、裂缝尺寸分布
- 成分衬度



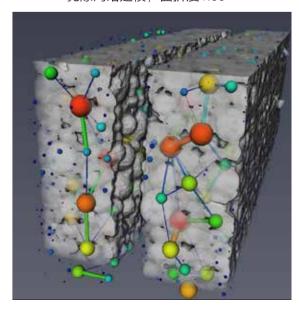
锂电池电芯及极片表征



孔隙分布图, 孔隙度12.1%



孔隙网络建模,曲折度1.59

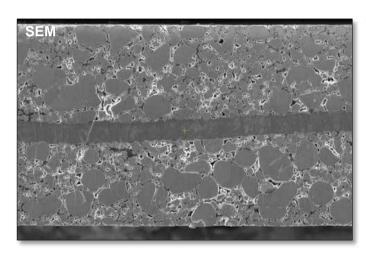


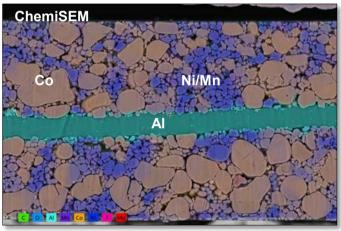
扫描电镜

赛默飞提供一系列扫描电镜用于满足纳米表征(如微区形貌观察、成分分析等)及原位过程表征(如原位加热、相变、氧化等)需求,扫描电镜型号包含:

- Axia ChemiSEM通用型钨灯丝扫描电镜系统:可涵盖多种类型样品。可分析绝缘材料、处理大而重(达10 kg)的样品,同时能够分析常规的小尺寸样品。
- Prisma E钨灯丝环境真空扫描电镜:集成Thermo Scientific UltraDry EDS 探测器,可以实现任何样品在高真空、低真空和环境真空模式下表面形貌、成分衬度及准确的元素成分分析。环境真空模式下选配帕尔贴冷台,可以对含水样品进行动态原位分析。
- Quattro具有环境真空功能的高分辨率场发射扫描电镜: Quattro环境真空扫描电镜可选配1400 ℃高温台,可以实现在氧化、还原或者惰性环境气氛下进行材料的高温原位微观结构表征。
- Apreo 2功能丰富的高性能场发射扫描电镜:具有静电和磁浸没复合透镜技术实现超高分辨和材料衬度,可以高分辨率观察磁性样品,创新的Trinity™镜筒内探测器系统,单次扫描可以同时获得材料的形貌衬度、成分衬度及电位衬度等信息,是锂电池材料表征的首选扫描电镜型号。
- Verios 5超高分辨率扫描电镜:在1 keV至30 keV能量范围内实现亚纳米分辨率,且具有出色的材料衬度。非凡的低电压性能用于表面特征信息的表征及高精度测量,不需要通过透射电镜或其他成像技术即可获得高分辨率、高衬度的图像。

SEM + ChemiSEM 实时检测复合正极片微观形貌结构及元素分布情况

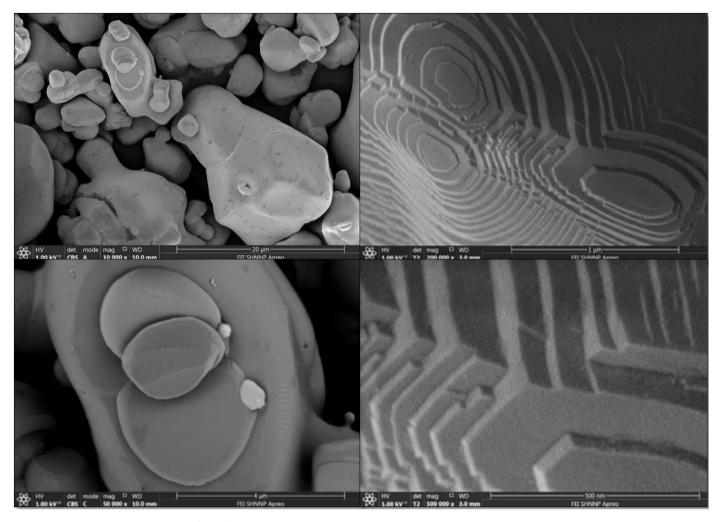




SEM: 快速获得NCM/LiCoO2复合正极片的微观形貌结构,材料中颗粒大小有较大差异。

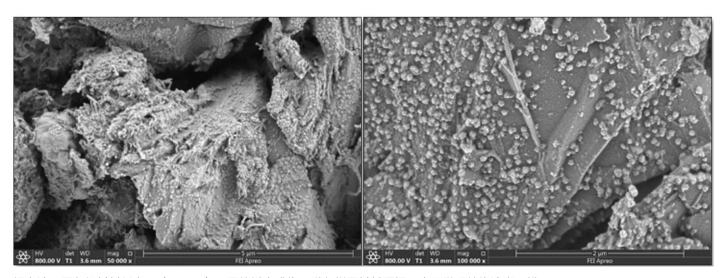
独有ChemiSEM功能:实时获得NCM/LiCoO₂复合正极片微观形貌和元素分布,其中大颗粒主要成分为Co元素,一些小颗粒主要成分为Ni/Mn元素,中间横条为铝箔集流器。

锂离子电池正极材料



锂离子电池钴酸锂正极材料低电压(1 kV)下最佳衬度成像。钴酸锂颗粒表面的台阶状结构清晰可辨。

锂离子电池负极材料



锂电池石墨负极材料低电压(0.8 kV)下最佳衬度成像,避免样品材料受损,表面微观结构清晰可辨。

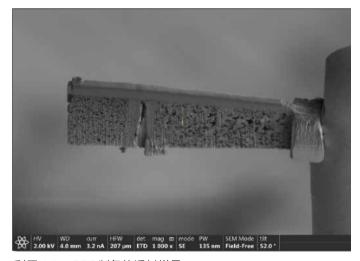
Ga+双束电镜和PFIB双束电镜

赛默飞提供一系列双束电镜,用于满足多种样品的二维和三维分析需求,双束电镜型号包含:

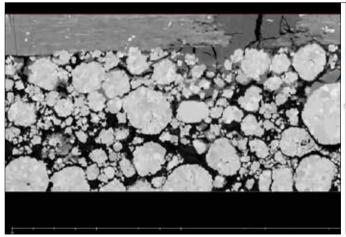
- Scios 2通用型高性能双束显微镜:透镜内Trinity™检测技术能够同时收集所有信号,既节省时间又可形成鲜明的衬度,有助于采集尽可能多的数据;创新的透镜下同心背散射检测器能提高效率,可根据信号的角度分布选择信号,从而轻松分离材料和形态衬度,为包括磁性材料在内的众多样品提供出色的二维和三维分析性能。
- Helios 5 Ga+极高分辨率双束电镜:集成赛默飞最佳电子和离子光学系统、配件和软件,能够为尖端纳米量级研究提供强大的解决方案;以低至亚纳米量级的分辨率提供多尺度、多维度洞察,让研究人员能够观测样本最微小的细节,还可为原位分辨率S/TEM成像迅速制备最高质量的样本。
- Helios 5 Hydra双束显微镜: 独特的四离子源(Xe、Ar、O、N)可快速切换, DualBeam技术启迪突破性创新。
- Helios 5 PFIB双束显微镜: 具备传统镓离子源所有功能,且Xe等离子源具有更大束流及更高离子束切割速度,适用于大体积三维表征、无镓离子污染样品制备和精确微加工。结合Thermo Scientific™ Auto Slice & View™ 4 (AS&V4)强大的软件功能,在精确定位观测区域的同时,给出测试样本的微观形貌、元素成分、物相、晶体取向、压力等三维分布信息。Helios PFIB是锂电池三维表征的首选双束电镜型号。
- Helios 5激光PFIB双束显微镜:以纳米分辨率实现毫米尺度上的最快速、高品质的表面下及三维表征。

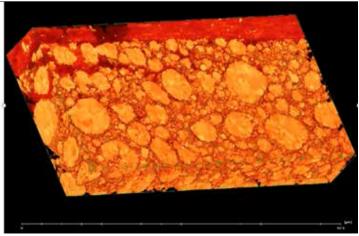
双束电镜针对锂电池正、负极材料表征,可以提供以下信息:

- 颗粒粒度3D分布
- 孔隙度
- 孔隙、裂缝尺寸分布
- 成分衬度
- 制备高精度诱射薄片样品



利用Helios PFIB制备的透射样品



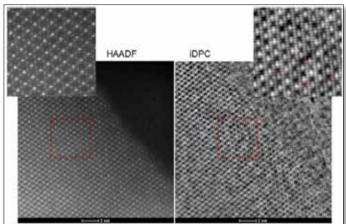


锂离子电池石墨负极材料的高分辨三维可视化分析,采用Helios PFIB加工出宽度100 μm的区域,利用 Avizo软件进行可视化及分析。

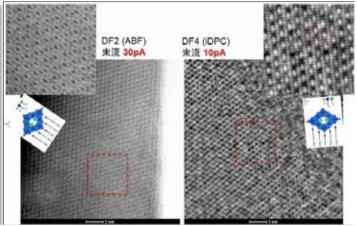
透射电镜

赛默飞提供一系列透射电镜,用于满足多种样品的二维和三维分析需求,利用iDPC(集成微分相位衬度)技术进行锂原子的直接可视化。透射电镜系列包含:

- Spectra系列像差校正透射电镜:多种材料的出色原子级表征,通过单一物镜极靴设计,能够以二维、三维和四维针对材料进行高分辨率的低损、高灵敏度成像和分析。
- Talos系列透射电镜:先进科技集于一身,可在多个维度开展快速、精确、量化的材料表征分析,配备了全新的软件功能,能够提高成像效果和易用性。Talos将出众的高分辨率S/TEM和TEM成像与行业领先的EDS性能(包括独一无二的EDS三维重构技术)融为一体,能够以二维和三维图像的形式提供结构信息。 Talos S/TEM系列提供多种配置满足材料科学研究及工业应用需求。



HAADF和iDPC同步成像,同步获取更全面信息。



ABF和iDPC成像条件对比,iDPC允许使用更小的束流(10 pA)进行成像,降低对样品的损伤。

along <100> HAADF iDPC 蓝色箭头指示 锂原子位置

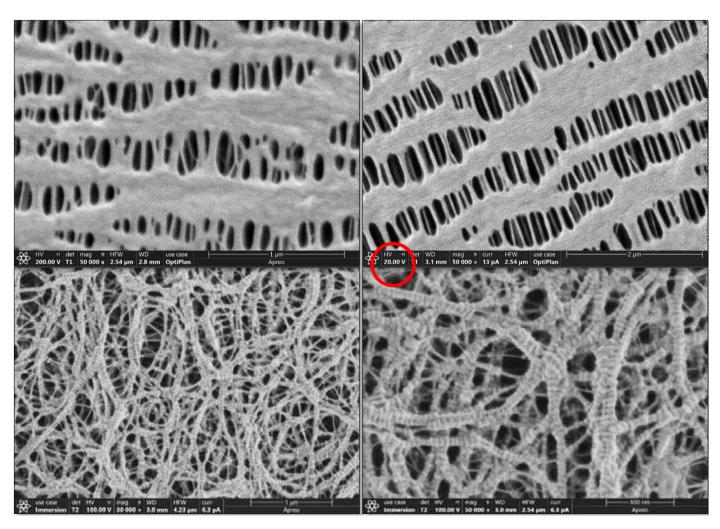
钛酸锂的200 kV 透射电镜成像,采用iDPC技术可以实现锂原子直接可视化。

锂离子电池隔膜材料表征

在锂离子电池主要原材料中,除正负极材料以及电解质溶液外,隔膜也是非常重要的组成部分。隔膜的主要作用是:(1)阻隔电池正负极,避免两者直接接触而造成内部短路;(2)让离子电流通过,但阻力要尽可能小。锂离子电池的隔膜材料主要有聚烯烃类、高分子材料类、无机材料类。根据原材料特点及加工方法不同,可将锂离子电池隔膜分成聚烯烃隔膜、聚合物隔膜、陶瓷核膜、纤维隔膜等,而聚合物隔膜是目前研究最多的一种隔膜。隔膜的厚度、孔径、孔隙率、曲折度、抗拉强度、穿刺强度、吸液性等基本参数都会影响到电池的性能。赛默飞针对锂电池隔膜材料提供成套的二维及三维表征解决方案,该解决方案主要包含Thermo Scientific™扫描电镜、Ga+双束电镜、PFIB等双束电镜等部分。

扫描电镜

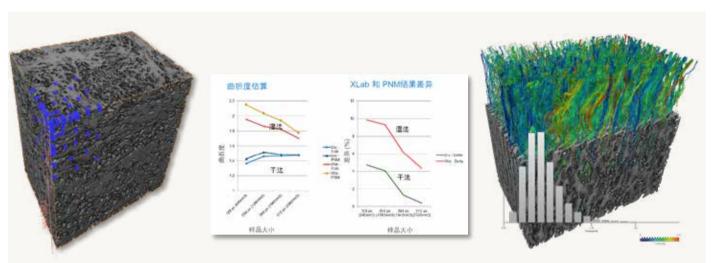
寒默飞提供一系列扫描电镜用于满足纳米表征(如微区形貌观察、成分分析等)及原位过程表征(如原位加热、相变、氧化等)需求,利用扫描电镜的低电压、小束流成像性能,在避免损伤隔膜材料,获得真实的隔膜微观结构信息。



锂离子电池隔膜对电子束非常敏感,易损伤,导电性差,容易荷电,因此尽可能使用较低的着陆电压进行观察,避免隔膜原始微观形 貌受损,采用超低着陆电压观察,无需喷镀导电层,隔膜的孔洞及表面结构清晰可辨,加速电压越低,表面细节越丰富。

Ga+双束电镜和PFIB双束电镜

双束电镜结合先进的Avizo软件,针对锂电池隔膜材料表征,可获得隔膜孔径、孔隙率、曲折度、成分衬度等,并可制备高精度透射薄片样品。

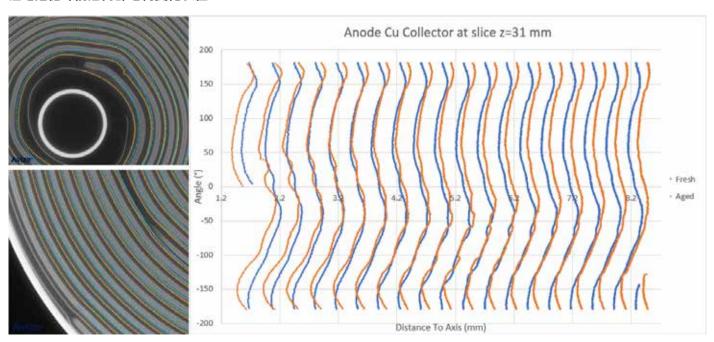


湿法锂离子电池隔膜的高分辨三维可视化分析,利用Avizo软件进行可视化及分析,对比Xlab和PNM算法估算得到的曲折度数值。

Avizo可视化及分析软件

Thermo Scientific™ Avizo™是一款功能强大的三维可视化及分析软件,用于探索和研究材料的结构与性能,广泛应用到材料科学的各研究领域,以及不同类型的材料(多孔介质、金属和合金、纤维、复合材料、陶瓷、食品、半导体等)。从简单的可视化和测量到高级图像处理、量化、分析和报告,Avizo为锂电池材料的二维及三维表征提供了一个全面的多模态数字模型实验室,既可以进行宏观分析,以控制制造质量并深入了解老化过程,也可以在微观层面揭示传输特性等。

锂电池循环前后内部结构变化表征



赛默飞世尔科技

上 海

上海市浦东新区新金桥路27号3,6,7号楼邮编 201206 电话 021-68654588*2570

生命科学产品和服务业务 上海市长宁区仙霞路99号21-22楼 邮编 200051 电话 021-61453638 / 021-61453637

电子显微镜产品及服务业务 上海市浦东新区张江高科技园区 金科路2517号中国芯科技园A栋邮编 201210 电话 86 21 80125200

南京

南京市中央路201号南京国际广场南楼1103室 邮编 210000 电话 021-68654588*2901 北京

北京市东城区北三环东路36号环球贸易中心C座7层/8层邮编 100000 电话 010-87946888

沈阳

沈阳市沈河区惠工街10号卓越大厦3109室

邮编 110013

电话 024-31096388*3901

武汉市东湖高新技术开发区高新大道生物园路 生物医药园C8栋5楼 邮编 430075 电话 027-59744988*5401 广州

广州国际生物岛寰宇三路36、38号合景星辉广场北塔204-206 单元 邮编 510000 电话 020-82401600

成 都

西安

成都市临江西路1号锦江国际大厦1406 室邮编 610041 电话 028-65545388*5300

西安市高新区科技路38号林凯国际大厦 1006-08单元 邮编 710075 电话 029-84500588*3801

昆明

宏 明 云南省昆明市五华区三市街6号柏联广场写字 楼908单元 邮编 650021 电话 0871-63118338*7001

欲了解更多信息,请扫描二维码关注我们的微信公众账号

赛默飞世尔科技在全国有共21个办事处。本资料中的信息,说明和技术指标如有变更,恕不另行通知。

更多信息请访问:thermofisher.com/materialsscience



赛默飞 官方微信



赛默飞材料与 结构分析官方微信 服务热线: 800 810 5118/400 650 5118 中文网站: www.thermofisher.com E-mail 地址: sales.msd@thermofisher.com

