

TEM-NBD-Map 法による Li イオン電池正極材の結晶構造の二次元分布評価

Distribution analysis of the crystalline phase and orientation

of the LIB cathode materials by the TEM-NBD-Map method

(株) 東ソー分析センター¹, °関根 洋平¹, 中村 和人¹

TOSOH Analysis and Research Center Co.,Ltd.¹, °Youhei Sekine¹, Kazuto Nakamura¹

E-mail: sekine@tosoh-arc.co.jp

【概要】 次期高容量 LIB 正極材として期待される Li 過剰 MnNi 複合酸化物は、層状岩塩型構造であり、構造の不規則性があることも分かっている。充電容量や内部抵抗に影響する不規則構造を、透過電子顕微鏡(TEM)の Nano Beam Diffraction (NBD) を二次元で測定する NBD-Map 法により解析した。この手法により Li 過剰 MnNi 複合酸化物の微小部についての解析を行い、一次粒子内の結晶構造分布と不規則構造を明らかにした。

【測定】 Li 過剰 MnNi 複合酸化物を FIB にて薄片化し TEM 観察した。その結果、monoclinic 相で構成された一次粒子と、粒子内の積層欠陥を確認できた(Fig.1)。この積層欠陥について NBD-Map を測定した。NBD では Monoclinic の[100],[110],[1-10]入射及び Cubic の[211]入射パターンが混在していたため(Fig.2a)、特定のスポットにより疑似的に暗視野像を結像させ、各結晶相及び方位の分布を二次元表示した(Fig.2b,c)。

【結果】 TEM-NBD-Map 法により、一次粒子全体についての積層欠陥など不規則構造の分布が得られた。本手法では積層欠陥や双晶などの二次元分布評価が可能であり、今後も二次電池材料や半導体材料の結晶構造評価への応用が期待できる。

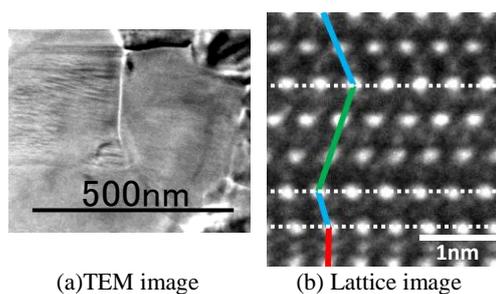


Fig.1 Stacking faults of the LIB cathode material

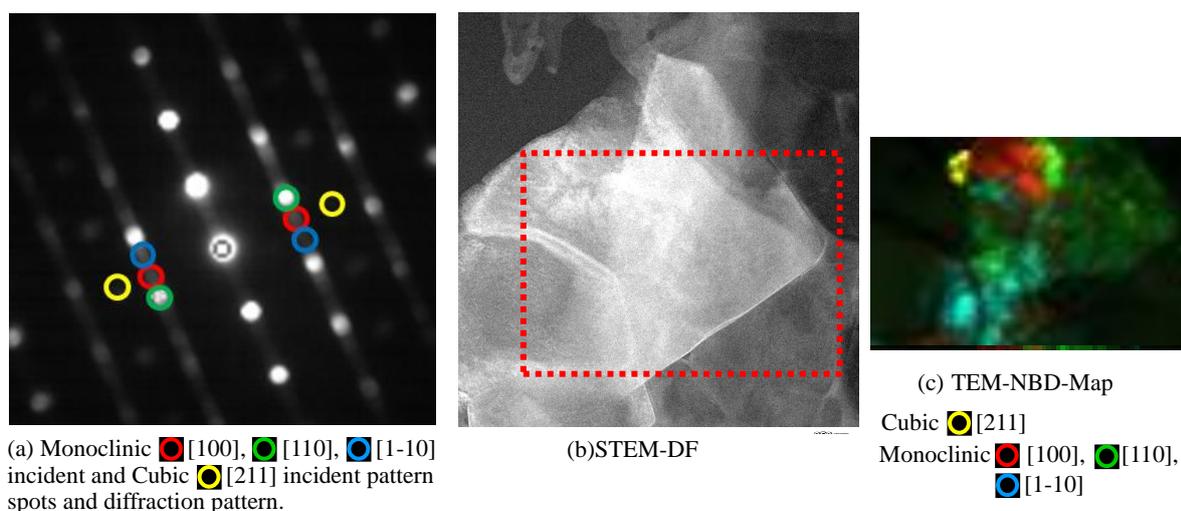


Fig.2 TEM-NBD-Map analysis result of the LIB cathode active material
(a) diffraction pattern (b) STEM-DF (c) TEM-NBD-Map