

# ＜電池材料の劣化抑制評価への適用／EBSD測定＞

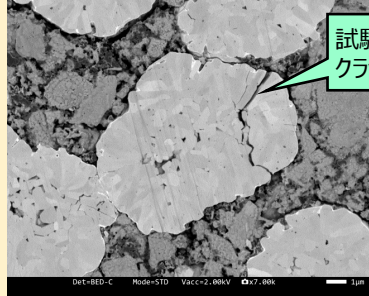
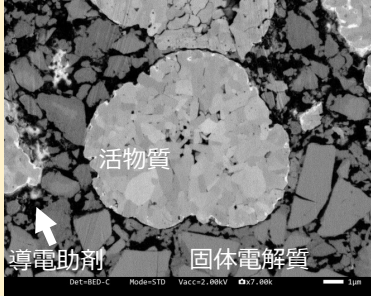
電池材料の構造解析は、バルク領域のXRD測定とミクロ領域のTEM観察が一般的ですが、SEM-EBSDは、これらの橋渡しとなるようなマクロ的な結晶の変化の知見が得ることができ、電池材料の劣化解析の手法の一つとして活用が可能です。

## 硫化物系全固体電池における正極活物質粒子の結晶方位解析

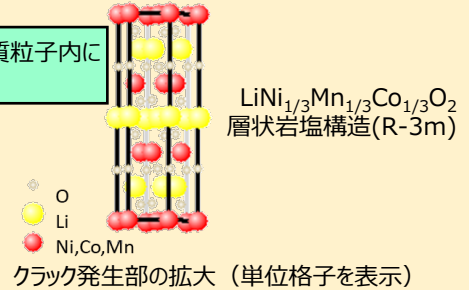
劣化メカニズム調査を目的に当社で全固体電池の試作・サイクル試験を実施し評価用の試料を作成しました。正極にはニオブ酸リチウムをコートしたNMC、負極にはグラファイト、固体電解質にはCl系のアルジェロダイトを使用しました。サイクル試験を実施し、劣化サンプルを作成後、その劣化状態をSEM観察、EBSD測定により調査しました。

初期品

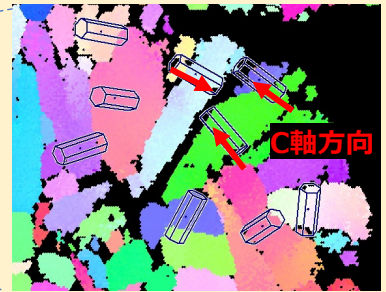
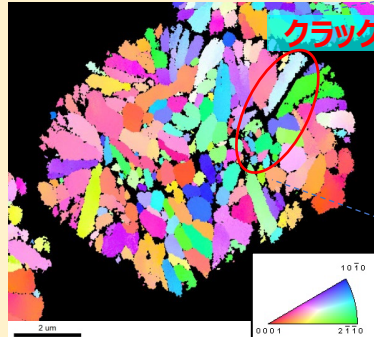
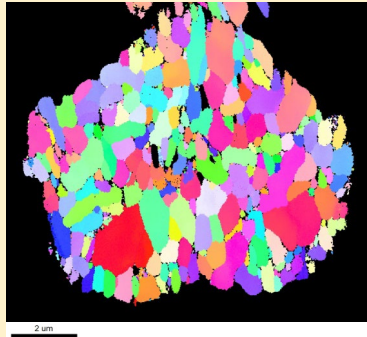
サイクル試験後



試験後に活物質粒子内にクラックが発生



断面SEM像 (反射電子像)



クラック発生部はC軸が配向していることが分かった。NMCは充放電によるC軸の格子定数変化が大きく、充放電による膨張収縮により、応力集中が起き、クラックが発生したであろうことが、本調査で分かった。

EBSD IPF map(結晶方位マップ) ND方向

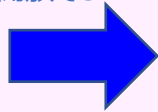
## リチウムイオン電池材料のEBSD測定について

リチウムイオン電池材料の多くは、大気中に暴露すると変質してしまうという特徴を持っています。また、熱や電子線にも大変弱いケースが多いです。このため、EBSD測定を行うには、**大気非開放での断面加工、SEM観察、そして、熱ダメージ、電子線ダメージを抑制した前処理やCP加工、SEM観察が必須**になります。

大気非開放でSEMへ搬送



日本電子製 IB-19520CCP  
クライオクロスセクションポリッシャ



日本電子製 IT-800 <SHL>



EBSD検出器  
AMETEK製 Velocity Super

弊社では日本電子製のクライオクロスセクションポリッシャにより冷却しながらイオン加工を行うことにより、**熱ダメージを抑制した断面加工が可能**です。また、大気非開放で搬送可能であるため、**変質を抑制した評価が可能**です。

SEM観察については、新型のハイブリッド検出器(UHD)を搭載した高分解能FE-SEMにより低加速電圧での観察と分析が可能。EBSD測定においても、検出器は高感度のCMOSセンサを搭載、従来よりも**測定時間を大幅に短縮**し、電子線ダメージを抑制した**電池材料に適したEBSD測定を実現**しています。