

リチウムイオン二次電池の加熱劣化試験

加熱劣化後のサンプルをLC/MS/MS,TOF-SIMS,TEM+EDXなどで評価可能

測定法 : TOF-SIMS・TEM・LC/MS・FIB・ μ サンプリング・リフトアウト・解体・雰囲気制御
 製品分野 : 二次電池
 分析目的 : 組成評価・同定・化学結合状態評価・膜厚評価・劣化調査・信頼性評価

概要

リチウムイオン二次電池の開発には、高性能化・長寿命化・信頼性向上などの課題があります。これらの課題を解決するためには、電池の劣化機構の解明が重要です。今回は、温度による劣化機構についての評価のために、加熱劣化試験を行いました。加熱劣化試験後、大幅な容量低下が見られたサンプルについて、電解液をLC/MS/MS、負極表面をTOF-SIMS、負極断面をFIB-TEM+EDXで評価しました。

データ

- ・サンプル
 コインセル2032型
 電極活物質 正極:LiCoO₂
 負極:グラファイト
 電解液 1M LiPF₆ ,
 EC:DEC=1:1 (容積比)
- ・加熱劣化試験
 4.2V、温度 25°C、60°C、期間 1週間
- ・充放電測定
 充放電レート 0.2C、電圧範囲 2.5-4.2V
- ・前処理
 開封、サンプリング(高純度アルゴン雰囲気下)

■容量変化

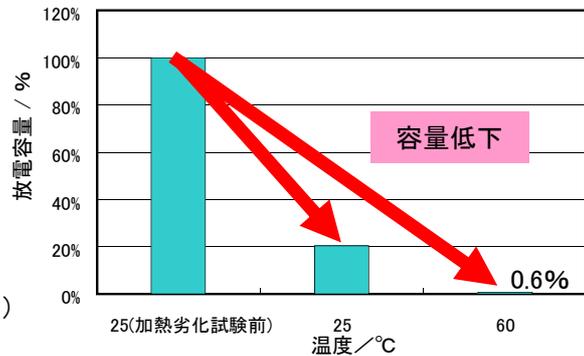


図1 加熱劣化試験後

■測定結果: 電解液 LC/MS/MS

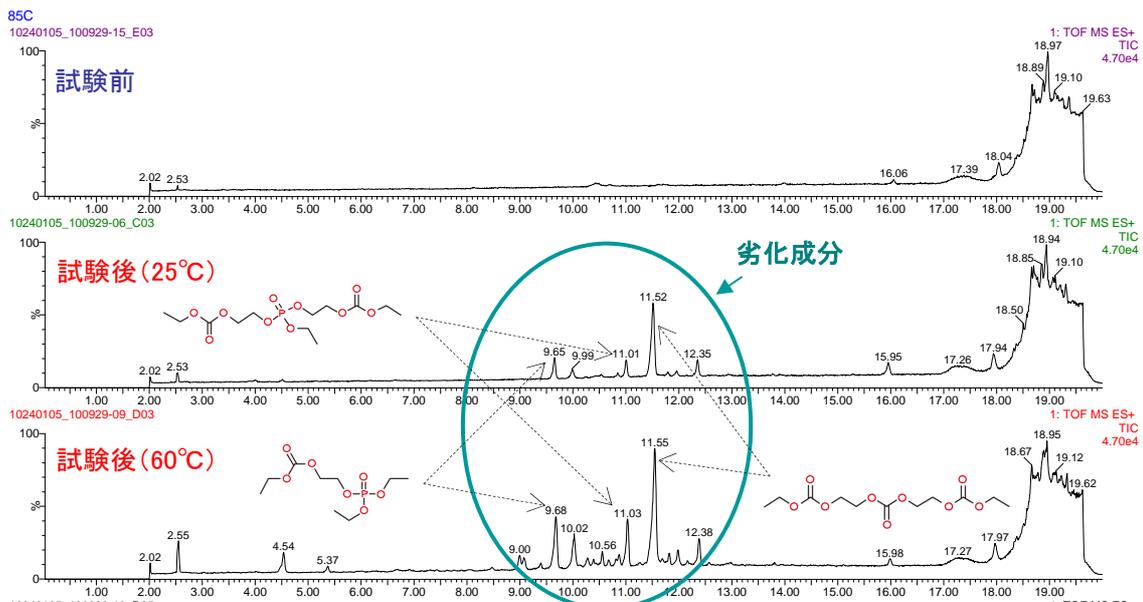


図2 トータルイオンクロマトグラム(TIC)

分析サービスで、あなたの研究開発を強力サポート!

一般財団法人
MST 材料科学技術振興財団

TEL : 03-3749-2525 E-mail : info@mst.or.jp
 URL : http://www.mst.or.jp/

リチウムイオン二次電池の加熱劣化試験

加熱劣化後のサンプルをLC/MS/MS, TOF-SIMS, TEM+EDXなどで評価可能

測定法 : TOF-SIMS・TEM・LC/MS・FIB・ μ サンプリング・リフトアウト・解体・雰囲気制御
 製品分野 : 二次電池
 分析目的 : 組成評価・同定・化学結合状態評価・膜厚評価・劣化調査・信頼性評価

■測定結果: 負極表面 TOF-SIMS スペクトル

リン酸リチウム、炭酸リチウムの劣化成分起因のフラグメントが見られました。

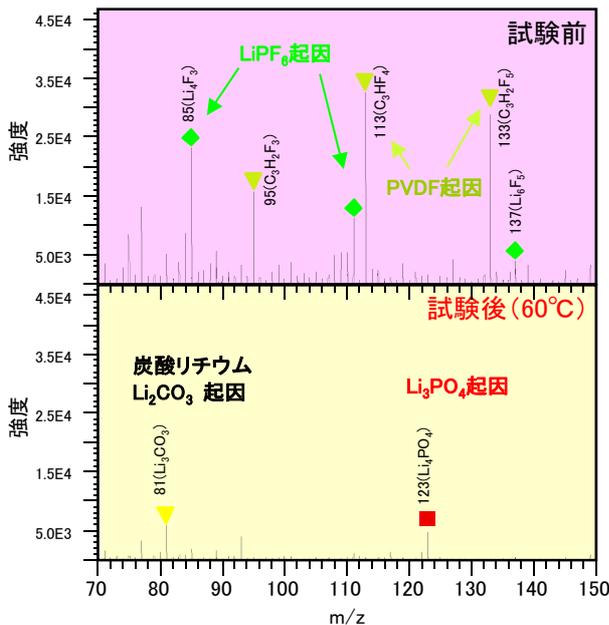


図3 正イオン定性スペクトル

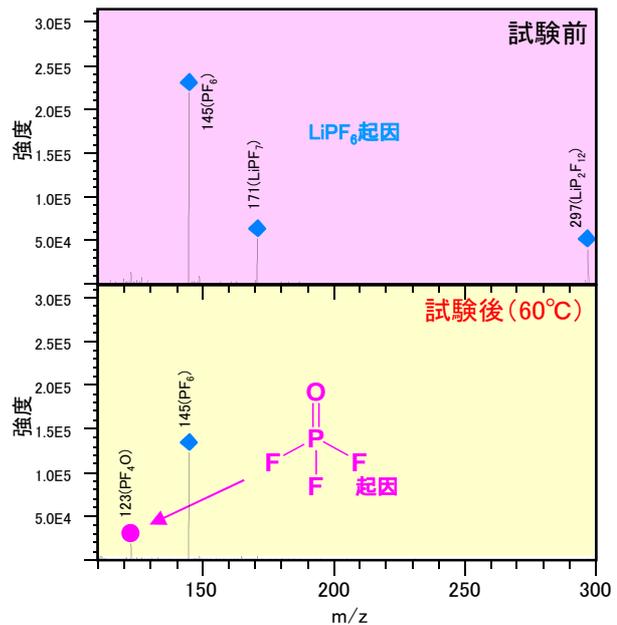


図4 負イオン定性スペクトル

■測定結果: 負極断面 FIB-TEM+EDX

加熱劣化試験後には厚い付着物層が確認されました。劣化付着物の主成分はF,P,Oでした。付着物層でCo,Cuが検出されました。Coは正極活物質、Cuは集電体より溶出したものと考えられます。

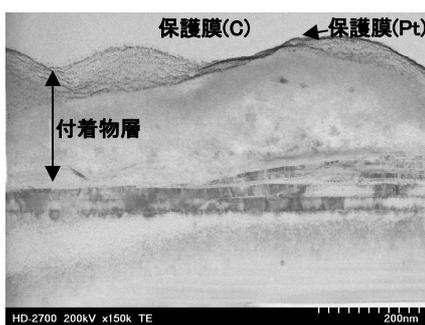


図5 試験後 (60°C)
300nm程度の付着物層を確認

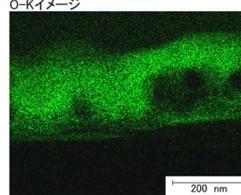
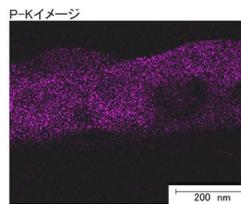
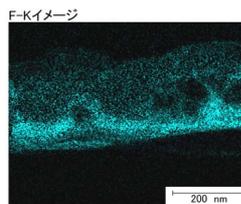


図6,7,8 試験後 (60°C)
劣化付着物の主成分はF,P,O

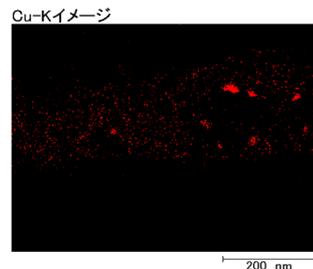
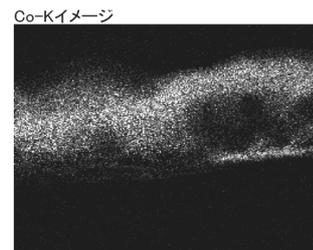


図9,10 試験後 (60°C)
付着物層にCo,Cuが見られた

分析サービスで、あなたの研究開発を強力サポート!

一般財団法人
MST 材料科学技術振興財団

TEL : 03-3749-2525 E-mail : info@mst.or.jp
 URL : http://www.mst.or.jp/