

# 锂电池正极极片的电子探针表征

EPMA-031

**摘要：**锂电池极片是锂电池的关键构件之一，极片质量好坏直接影响到锂电池的容量、内阻、循环寿命以及安全性能。本文以某锂电池生产厂家送检的正极极片为例，利用岛津场发射型电子探针显微分析仪，通过面分析确定了含 Fe 杂物的精确位置；并对该杂物进行微区成分定性分析，通过与常规区域成分定性分析结果比较，明确了元素组成差异，分析结果可为排查杂物引入工艺环节提供指导。

**关键词：**锂电池 正极极片 杂物 EPMA

在当前传统能源逐渐耗竭、环境污染问题日益突出的大背景下，锂离子电池因其能量密度高、循环寿命长、环境污染小等特性，受到了广泛关注和研究。

锂电池极片是锂电池的关键构件之一，极片质量好坏直接影响到锂电池的容量、内阻、循环寿命以及安全性能。极片制作流程相当复杂，主要包括浆料的制备、极片的涂布和干燥、极片的辊压压实以及极片的裁切等几大环节，而每一大环节又包括繁多的流程，譬如极片的涂布环节就包括开卷、接片、拉片、张力控制、涂布、干燥、纠偏、张力控制、纠偏、收卷等

过程。

在如此繁琐的制作流程中，难免会因为某些设备部件老化譬如压辊表面金属脱落而造成极片表面混入杂物，而一旦混入杂物可能会引起电池内部微短路，严重时甚至会导致电池起火爆炸。

因此，对极片中杂物的检测和分析意义十分重大。本文以某锂电池生产厂家送检的正极极片为例，利用电子探针显微分析仪首先在选定区域进行面分析以确定杂物存在具体位置，并对杂物处进行微区成分定性分析，分析结果可为排查杂物引入工艺环节提供指导。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津场发射型电子探针显微分析仪（EPMA-8050G）



### 1.2 分析条件

加速电压：15kV

束流：200nA

测试时间：面分析 36ms/point、定性分析 15min

强度单位：Counts

### 1.3 样品前处理

利用导电胶带将正极极片粘附于样品座上，直接上机测试。

## ■ 结果与讨论

为排查极片制备环节是否引入了含 Fe 的杂物，首先在大区域下（倍数 150x、测试区域尺寸 1.0×0.8mm）进行 Fe 元素的面分析，结果见图 1。图 1-2 中黄色方框标示处，明显可见有 Fe 元素的富集；为进一步确认富集位置，在更大倍数下（倍数 2000x、测试区域大小 78×59μm）下进行面分析，结果见图 2。将图 2-2 黄色方框标示处，进一步放大（倍数 4000x、测试区域大小 78×59μm），结果见图 3。为了更为直观的显示 Fe 元素富集位置，将 Fe 元素面分布图与背散射电子像进行叠加显示，如图 4 所示。图 4 中红色标记区域即为 Fe 元素富集位置。

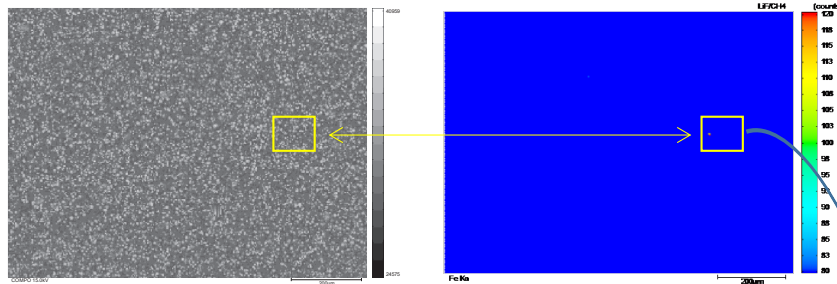


图 1-1 背散射电子像

图 1-2 Fe 元素面分布图

图 1 低倍面分析结果（150x、背散射电子像及 Fe 元素面分布图、1.0×0.8mm）

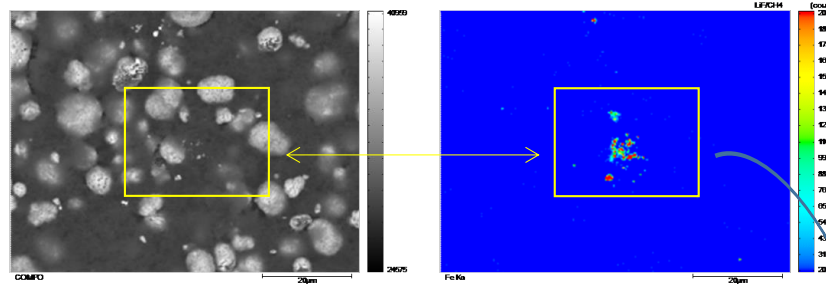


图 2-1 背散射电子像

图 2-2 Fe 元素面分布图

图 2 较大倍数下面分析结果（2000x、背散射电子像及 Fe 元素面分布图、78×59μm）

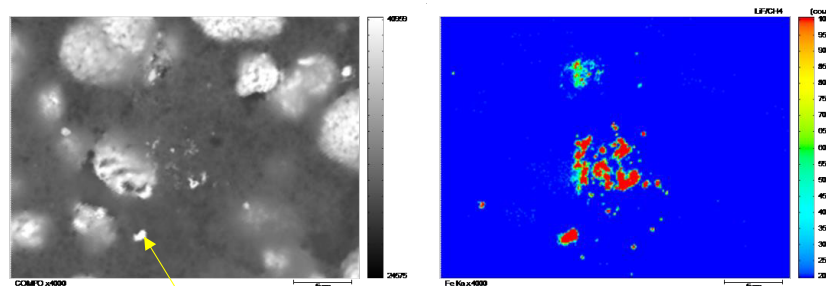


图 3-1 背散射电子像

图 3-2 Fe 元素面分布图

图 3 更大倍数下面分析结果（4000x、背散射电子像及 Fe 元素面分布图、78×59μm）

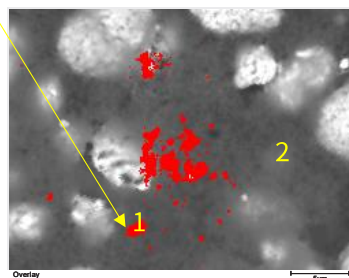


图 4 背散射电子像下 Fe 元素富集位置（4000x）

在图 4 所示区域，分别选择典型的 Fe 元素富集位置（图 4 中黄色数字 1 标示处、亦即图 3-1 中黄色箭头所指的白色颗粒）及常规位置（如图 4 中黄色数字 2 标示处）进行微区成分定性分析，定性谱图见图 5、图 6。

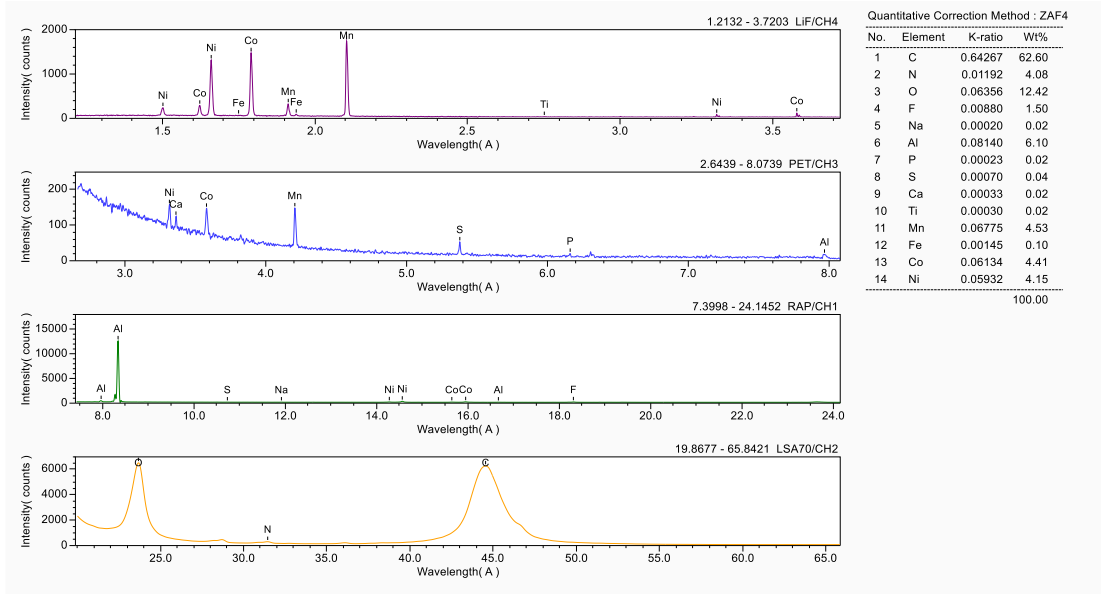


图 5 Fe 元素富集位置（位置 1）定性分析结果

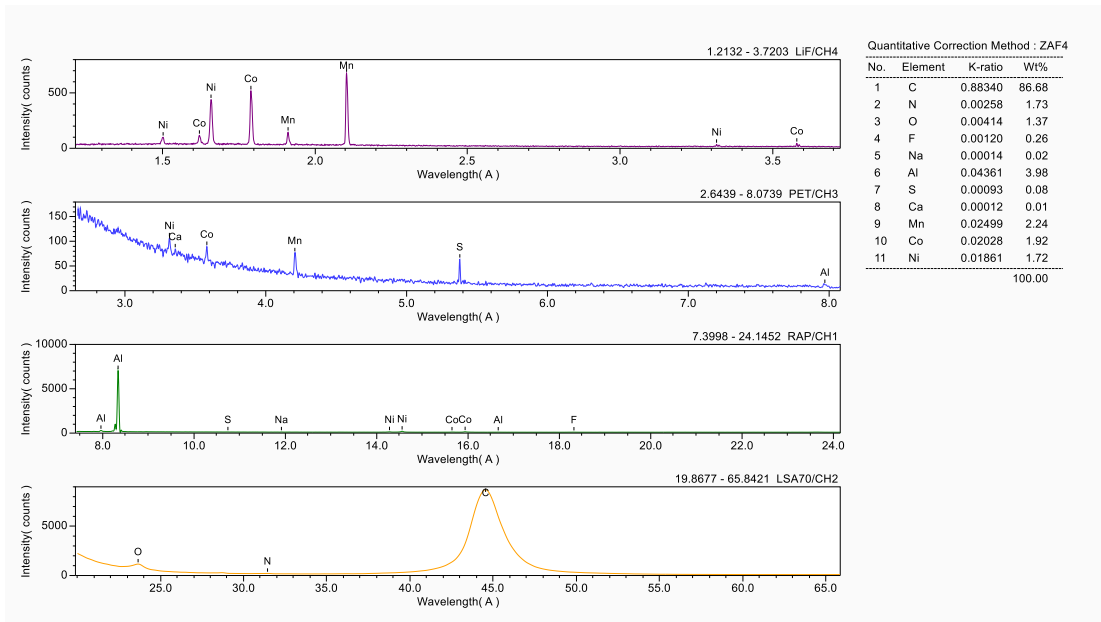


图 6 常规位置（位置 2）定性分析结果

由图 5 及图 6 可见，与常规区域（位置 2）相比，Fe 元素富集位置处（位置 1）除 Fe 元素富集外，还检出了微量的 P、Ti 元素。

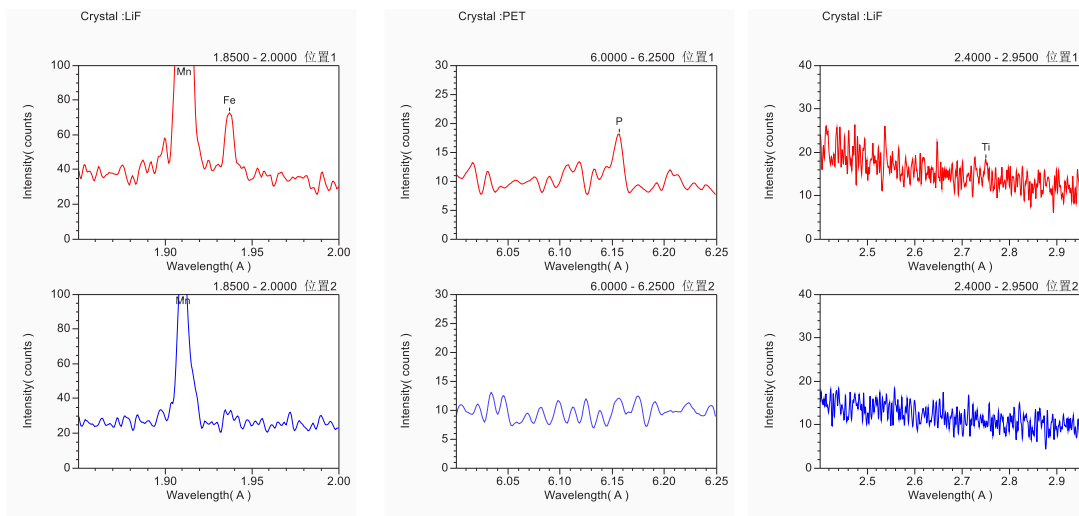


图 7 定性谱图局部放大

为了更为清晰的显示位置 1、位置 2 成分差异，对两者定性谱图进行局部放大，如图 7 所示；可见，位置 1 定性谱图 Fe、P 元素特征峰明显，而位置 2 相应位置并未出峰；此外，对于位置 1 而言，Ti 元素特征峰峰形也不太明显，为了明确是否含有 Ti 元素，分别对位置 1、位置 2 进行精细扫描，结果如图 8 所示；结果表明，位置 1 处确实含有微量的 Ti 元素，而位置 2 处并未检出 Ti。

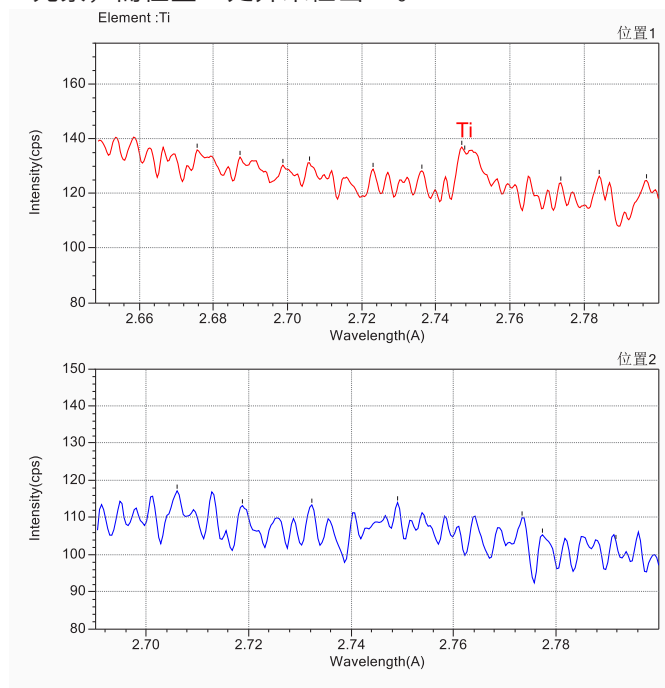


图 8 局部精细扫描谱图

依据上述分析结果，用户可排查具体是哪个工艺环节可能会引入诸如 Fe、P、Ti 等元素的污染。由于缺少该样品具体制备工艺的详细信息，本文不再展开讨论；但显而易见，本文所述方法提供了一种新的思路，可以为相关行业用户进行异物引入工艺环节排查时给予一定的指导。

## ■ 结论

本文利用岛津场发射型电子探针显微分析仪，对某锂电池生产厂家送检的正极极片，首先在低倍数、较大区域范围内进行了 Fe 元素的面分析，逐步放大倍数，最终明确了 Fe 元素富集的精确位置；对该位置进行微区成分定性分析，通过与常规位置定性分析结果比较，明确了元素组成差异，分析结果可为排查杂物引入工艺环节提供指导。