

实验简报

OnPoint 探测器 与 Octane Elite Super EDS 系统

标题

使用成分差异法对锂元素进行定量表征

使用设备

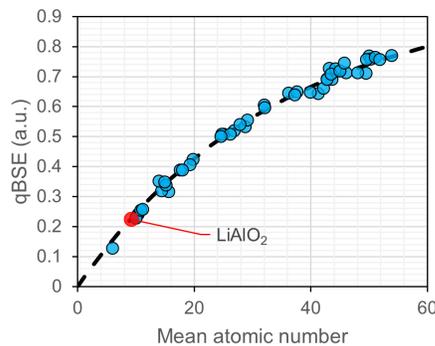
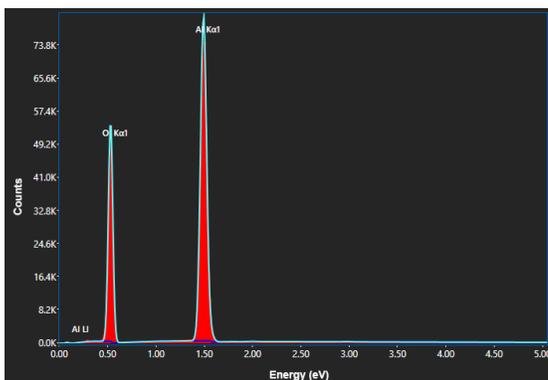
我们将Gatan的OnPoint™ 探测器和EDAX的Octane Elite Super EDS系统联合使用，实现了具有固定化学计量比的锂氧化物样品中锂浓度的定量表征。

背景

由于锂离子电池相比其它技术在能量存储方面具有高能量密度和重量轻的特点，它被广泛的应用于电化学电池领域。然而，目前在扫描电子显微镜（SEM）中用于表征锂元素微观分布的实验技术仍然未能满足市场的需求。在SEM中，我们常常使用能量或波长色散X射线谱（EDS或WDS）。由于元素的荧光产额受元素键合影响，并且考虑到X射线再吸收的可能性，这两种技术（EDS或WDS）不能应用于低原子序数的元素（ $Z \leq 3$ ）表征，这其中就包括锂元素[P. Hovington et al., Scanning 38 (2016) p571–578]。然而，近日一项轻金属合金的研究表明，通过锂的成分差异法（Li-CDM, composition-by-difference method）我们可以对SEM中的锂进行定量分析，其准确率约为1 wt. % [JA. Österreicher et al., Scripta Materialia 194 (2021) 113664]。Li-CDM依靠EDS和背散射电子（BSE）信号，通过计算确定锂元素的含量。在这个实验简报中，我们将这种方法扩展到已知化学计量的偏铝酸锂（ LiAlO_2 ）材料。通过针对 LiAlO_2 的表征，我们得到锂元素的含量，其准确度优于1.0 wt. %。

材料与方 法

我们使用Gatan PECS™ II系统对高纯度（99.99%） LiAlO_2 （100）晶体基板进行平面抛光，之后使用Li-CDM对 LiAlO_2 进行分析。OnPoint BSE探测器对56种材料进行定量背散射（qBSE）分析，测量的qBSE信号与平均原子序数 \bar{Z} 之间具有极好的相关性（图1）。EDS部分的测试由Octane Elite Super EDS探测器完成，通过EDS分析我们得到Al和O含量，但正如预期的那样，EDS没有检测到锂峰。然后我们使用DigitalMicrograph®软件进行Li-CDM分析。表1展示 LiAlO_2 样品的理论和实验表征得到的成分数据。



Elemental Composition

	Li	Al	O
Stoichiometry			
at. %	25.0	25.0	50.0
Standard dev.	–	–	–
EDS			
at. %	–	29.6	70.4
Standard dev.	–	1.6	5.1
Composition by difference			
at. %	22.5	22.9	54.6
Standard dev.	3.50	1.03	3.95

图1. (左) LiAlO_2 样品的EDS谱。采集电压：20 kV；采集时间：50秒。(右) 定量背散射电子信号（qBSE）与平均原子序数关系曲线。

表1. LiAlO_2 样品的元素定量结果。

小结

Li-CDM法得到的 LiAlO_2 样品的锂含量为 22.5 ± 3.50 at. % (9.48 ± 1.71 wt. %)，相比理论值仅有2.5 at.%和1.0 wt.%的差别。这些结果验证了Li-CDM方法对更广泛材料的适用性，同时为锂电池材料的表征提供了令人兴奋的可能性。

致谢

特别感谢Austrian Institute of Technology的Johannes Österreicher团队发明这个针对锂元素表征的Li-CDM。

For more information about solutions for electron microscopy, please visit Gatan.com and EDAX.com.