

实验简报

K3 IS 相机和型号626冷冻传输杆

标题

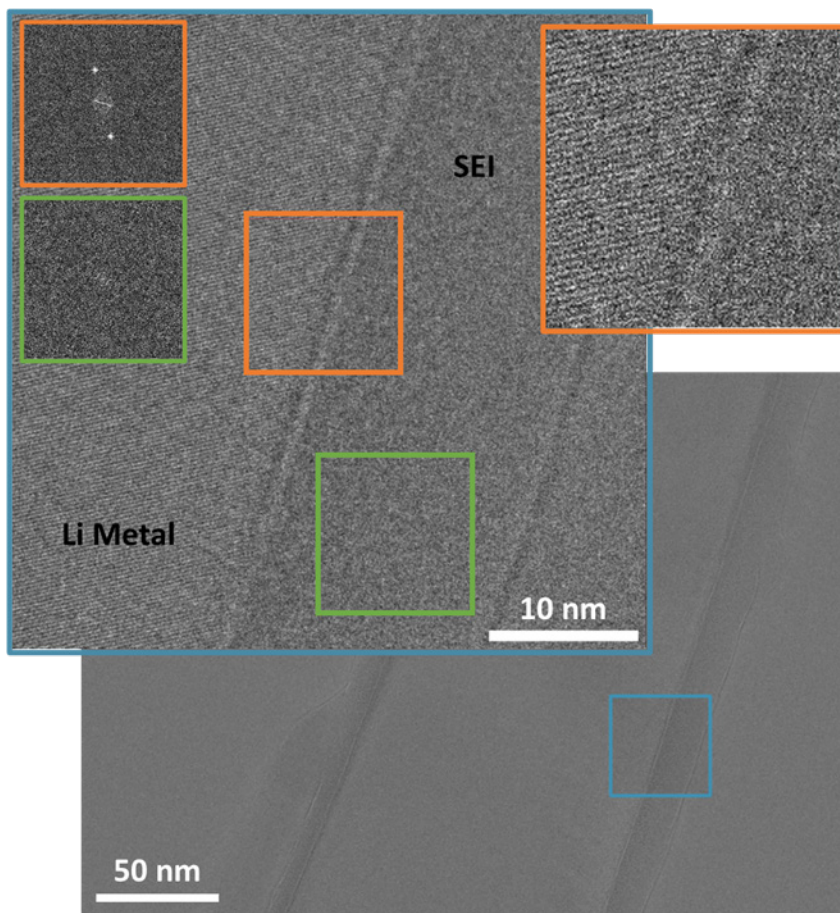
锂金属电池的固体电解质界面膜成像

使用的Gatan仪器

K3[®] IS 相机具有大视野，可以快速连续采集数据，并且可以通过实时电子计数的模式进行低剂量成像。型号626的冷冻传输样品杆可通过精确的温度测量，保证低温样品的无霜转移和随后辐射敏感冷冻样品的高分辨成像。

背景

开发更好的电池对于推进能源和环境相关的多项技术至关重要，锂金属根据其基本特性是极具吸引力的负极材料。然而，限制锂金属使用的问题之一是电池充放电过程中固体电解质界面膜（SEI）的形成和SEI的不稳定性。因此，研究SEI的准确结构和结构动力学对于新电池的设计极具价值。可是SEI的成像并不简单。它很薄，并且可能是异质层，因此研究它需要高分辨成像。但SEI又对电子束相当敏感，这使得常规HR TEM无法进行针对SEI的表征。在这里，我们展示使用K3 IS相机观察 [1] 中描述的新电解质中SEI的结果。



材料和方法

新型电解质中的锂金属样品是通过在标准透射电子显微镜（TEM）铜网上进行骤冷制备的。使用型号626冷冻传输杆，将样品温度被保持在100K以下，随后将样品送入FEI Titan环境TEM。图像由K3 IS相机采集，使用电子计数模式，电子剂量为 $40 \text{ e}^-/\text{\AA}^2/\text{s}$ ，总电子剂量为 $70 \text{ e}^-/\text{\AA}^2$ 。在这个案例中，尽管每个像素尺寸仅为 0.54 \AA ，我们也可以针对大样品范围进行成像，如图1所示。数据来自 [1] 中图4所展示数据。

总结

图1的TEM图像表明：观测范围内的锂枝晶（锂丝）是单晶，而锂金属表面的SEI则是非晶态。尽管这个体系对电子束非常敏感，但是应用低电子剂量和低剂量率，使用型号626冷冻传输杆保持低温，K3 IS 相机进行成像，该结构可以被成功表征。

图1 锂丝与其表面SEI的Cryo-TEM图像。整个视野与较小的区域（蓝色）放大后一起显示，非晶态的SEI与锂丝晶体还有电解质的界面非常清晰。橙色区域显示晶格条纹只存在于锂金属丝的一侧。左侧绿色和橙色插图显示来自相应颜色区域的快速傅里叶变换结果。

致谢

特别感谢Stanford University 的Hansen Wang, Zhao Yu, William Huang, Zewen Zhang, Zhenan Bao, 和Yi Cui。

[1] Wang, H. et al. Dual-Solvent Li-Ion Solvation Enables High-Performance Li-Metal Batteries. Adv. Mater. 33, 2008619 (2021).

Gatan, Inc. is the world's leading manufacturer of instrumentation and software used to enhance and extend electron microscopes—from specimen preparation and manipulation to imaging and analysis.