

飞纳 - 锂离子电池专用 全自动台式扫描电子显微镜

The history of Phenom-World



1997年,FEI 和飞利浦电子光学宣布合并其全球业务,其产品代表全世界最先进的电镜技术。



2015年,

Phenom-World 推出第4代飞纳台式扫描电镜,分辨率达到14纳米,放大13万倍。

1997



2006

2006 年,FEI 成 立 Phenom-World公司, 发布全球第一台飞纳台 式扫描电镜 (Phenom Desktop SEM), 放大 倍数 10,000 倍,首次 使用高亮度 CeB₆ 灯丝。

2015



飞纳台式扫描电镜在锂离子电池领域的最新应用——结合手套箱

飞纳电镜手套箱版:市面上唯一一台可以放置在手套箱内进行工作的扫描电镜。

锂电池材料在检测过程中,为了防止空气与锂电池材料的相互反应,往往需要在惰性气体环境下进行工作。氩(Ar)气手套箱是最常用的隔绝空气设备。飞纳电镜开创了扫描电镜在氩(Ar)手套箱内进行正常工作的先例。

扫描电镜如何实现在氩(Ar)手套箱内进行正常工作?飞纳电镜自身的天然优势是基础:

- 1.集成化程度高:占用空间小,主机尺寸仅为 $286(w) \times 566(d) \times 495(h)$,可放置在手套箱内; 2.结构精简:除主机系统外,只需要配置一个外置隔膜泵,而隔膜泵管道可以通过 feedthrough 连接到手套箱外部;
- 3.系统安全性好:飞纳电镜采用 Linux 系统,无需担心系统遭到病毒破坏时,需将电镜取出修理; 4.系统的防震性能:飞纳电镜工作时,全部电子光学元件连同样品杯是固定在一起的,外界的震动 不会引起图像成像的模糊,完全可以放置在手套箱这种不是特别稳定的工作环境下;
- 5.上提式舱门进样:相比于传统正面推拉式进样,或者侧窗快速进样口推拉式进样,飞纳电镜在进样时舱门是上提式打开的,这样不但节省了大量空间,用户还可以清楚看到装样的过程,飞纳电镜舱门设有保护装置,可以避免误操作:
- 6.灯丝寿命长:用户可以连续使用数年而不需要更换灯丝,也就不需要将电镜从手套箱内取出;

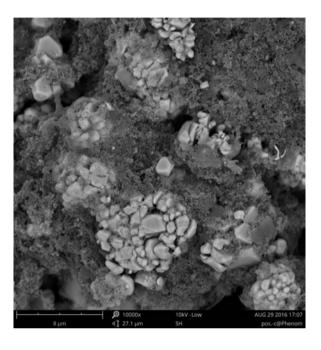




除了飞纳电镜自身的天然优势,飞纳电镜研发团队克服了在氩气环境下,高压部件火花放电的问题。扫描电镜在工作过程中,高压发生装置往往会产生数十干伏的高压,而氩气相比空气,更容易被电离,引起高压击穿,轻则影响高压的产生,重则损坏仪器元件。飞纳电镜氩(Ar)气体手套箱版成功地将所有高压发生元件束缚在耐高压树脂保护环境下,成功避免了氩(Ar)气体环境下高压不稳定的问题。

所有的飞纳电镜系列产品,都具有以下共同特点

- 分辨率最高的台式扫描电镜 -- 飞纳使用 CeB₆ 灯丝
 - CeB₆ 灯丝的信号是钨灯丝的 10 倍,信号更多,色差更低,10nm@10kV



10 µm 41 53.8 µm 850 Full 2#-c@phenom

10,000 倍高质量图像(锂电池正极材料)

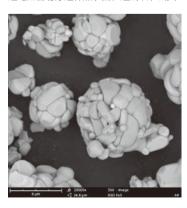
5,000 倍图像(锂电池负极材料石墨)

- CeB₆ 灯丝, 1,500 小时寿命, 2-3 年更换一根灯丝, 后期维护简单
- 使用 CeB₆ 灯丝,低加速电压成像优势明显,图像细节丰富



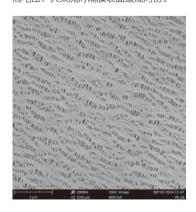
CeB₆ 灯丝

低加速电压下,样品表面细节丰富,高加速电压容易穿透样品表面,造成细节丢失



电池正极材料 5,000 倍 (未喷金)

高倍下,适当调低电压,减小束流,防止 高电压、大束流对隔膜表面造成灼伤。



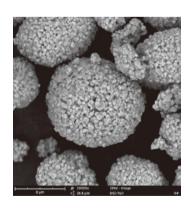
电池隔膜 20,000 倍

■ 全球最高效 + 操作最简便的扫描电镜:多项专利的支持

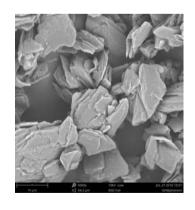
■ 一步制样,快速成像,实现课题组或者工厂锂电池样品批量测试目标 (15 秒快速抽真空)



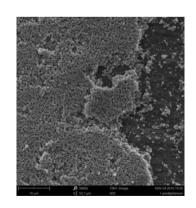
■ 不喷金,直接观察锂电池样品



三元材料 —— 未喷金直接观测 10,000 倍下,不喷金依然能清晰分辩三 元材料表面形态



负极材料——未喷金直接观测 5,000倍下,不喷金可直接观测片状石墨, 简化制样步骤



陶瓷隔膜—— 未喷金直接观测 5,000 倍,不喷金依旧能分辨不同的颗粒,颗粒边缘清晰

飞纳台式扫描电镜(Phenom Desktop SEM)采用低真空技术,背散射电子成像,可以有效抑制荷电效应的产生,可直接观测各种不导电样品,样品无需喷金喷碳。

■专业的防震技术

安装简单,不受外界环境干扰

您可以根据需要来放置飞纳台式扫描电镜(Phenom Desktop SEM),如高层实验室、办公室,或与其他设备放在一起,如厂房、车间,甚至手套箱内或一辆车上。同时飞纳台式扫描电镜(Phenom Desktop SEM)专业的防震技术,可进行现场取样观察。







专利防震样品杯

■ 丰富的拓展功能——拓展软件 + 锂电池样品定制样品杯

图 1——电池隔膜孔径的大小与均匀性是决定电池充放电性能的重要因素,可使用孔径测量系统进行统计分析

图 2——粒度分布对电池正极材料的高倍率性能有重要影响,可使用颗粒测量系统进行自动统计分析

图 3——飞纳电镜定制控温充电样品杯

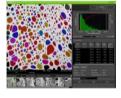


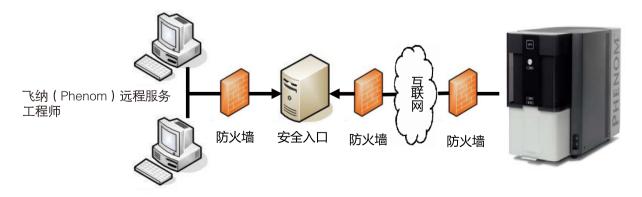




图 3

■ 可靠、方便的维护

终身免费的远程联网检测,原厂工程师与您一起维护电镜,实时确认故障原因,迅速准 备配件



荷兰 Phenom-World 公司的售后服务团队可通过互联网检测用户电镜的使用状态,与用户一起维护电镜,确保电镜总是处于良好状态。

■ 聚烯烃 - 陶瓷复合隔膜



聚烯烃 - 陶瓷复合隔膜是在聚烯烃类基膜上涂覆无机陶瓷颗粒而制备出的复合膜。聚烯烃类膜材料柔韧性较好,而陶瓷颗粒机械性能好,耐热性高,两者结合起来在保障性能的情况下安全性更高。我们在实验过程中需要关注陶瓷颗粒与基膜脱离(掉粉)问题,同时也要关注胶黏剂凝聚现象。这些现象的研究对于陶瓷复合隔膜的生产和技术工艺改进有重要意义。

• 原料颗粒粒径与均匀性

原料颗粒的粒径对于粘附性有重要影响。一般来讲,随着原料粒径尺寸的减小,颗粒比表面积增大,更容易实现胶粘。但是,如果尺寸过小,则颗粒则在相互作用力的影响下发生闭聚。

实验条件: 电压可以适当提高, 束流可以适当提高。

案例分析:在一次测试中,经检测发现大部分颗粒粒径在 100-300 nm 之间,但是个别颗粒粒径超过 7 微米,将会影响陶瓷涂层的粘附性。



涂覆脱落是我们在工艺研发或改进所最关注的缺陷类型。

实验条件:由于扫描电镜成像与肉眼所观察的范围不同,颜色特征也不一样,为了更好的识别缺陷位置,可通过圆珠笔标记出来,在飞纳电镜中通过光学显微镜找寻到缺陷位置,然后通过电子显微镜进行观察。倍数选择:2,000-20,000倍之间。加速电压可以适当增大,束流可选中低束流。

案例分析. 在检测过程中发现存在之间约13 微米的颗粒。 孔径与之前测试发现的原理中的个别大颗粒在同一尺度。且孔径 底部较为干净,故推测可能是大颗粒粘附不牢脱落形成。

• 胶黏剂凝聚

将胶黏剂、表面活性剂、分散剂、增稠剂混合成陶瓷浆料的过程中,由于配比组分不是最优化或者浆料稳定性较差,可能会引起胶黏剂的凝聚现象。由于胶黏剂凝聚位置的力学特性不同于陶瓷涂覆区域,此处也存在脱落风险。

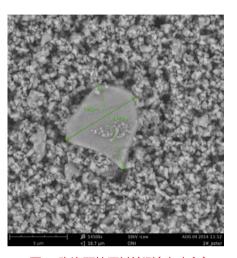


图 6. 陶瓷颗粒原料检测(未喷金)

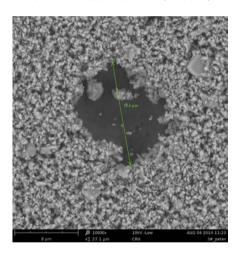


图 7. 陶瓷涂覆缺陷(未喷金)

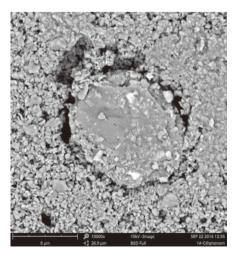


图 8. 胶黏剂凝聚

Phenom ProX

选型指南

Phenom ProX 是一款使用高亮度 CeB。灯丝的电镜能谱一体机,当您不仅只观测样品表面微观形貌,还要对其表面元素成分进行定性半定量分析时,Phenom ProX 是您理想的选择。可用于观察放大倍数要求低于 130,000 倍, 元素范围介于5-95 号之间的样品。他具有飞纳电镜系列全自动操作、15 秒快速抽真空、不喷金观看绝缘体、2-3 年更换灯丝等特点。



产品参数

光学显微镜

放大 20-135 倍

灯丝材料

1,500 小时 CeB。灯丝

加速电压

5 kV-15 kV 连续可调

能谱探测器

硅漂移探测器(SDD)

X射线分析模式

15 kV

电镜放大

最高到 130,000 倍

分辨率

优于 10 nm

抽真空时间

小于 15 秒

输出报告

DOCX

能量分辨率

<137eV (Mn Kα)

探测器

背散射电子探测器

放置环境

普通实验室或办公室、厂房

探测元素范围

B(5)-Am(95)号元素

冷却方式

无液氮 Peltier 效应电制冷

探测器晶体活性面积

 25 mm^2



PHENOMWORLD

Phenom-World 飞纳电镜荷兰总部 Dillenburgstraat 9T 5652 AM Eindhoven The Netherlands

PHENOMWORLD 飞 纳 中 国

飞纳电镜中国总部 复纳科学仪器(上海)有限公司 _{上海市浦东新区张江高科技园科苑路 88 号德国中心 E 座 501-503 室}

飞纳中国北京办事处 北京市石景山区八角东街 65 号融科创意中心 A座 1404-A室 飞纳中国广州办事处 广州市天河区五山路 381号

电话: 400 857 8882 传真: 021 28986356

耶箱:info@phenom-china.com 网址:www.phenom-china.com