



# 硫化物系固体電解質の結晶構造評価 ～大気非暴露環境下での評価～

マイクロからマクロ領域の視点で、結晶構造を総合的に評価できます。

## 硫化物系固体電解質の評価

硫化物系全固体電池の固体電解質は、大気接触により化合物相の変質や有毒な硫化水素ガスの発生が懸念されるため、大気非暴露環境下での測定が必要です。アルゴン雰囲気グローブボックス内で、高気密性試料ホルダーに試料を密閉し、大気と遮断したX線回折測定をすることで、電池性能を左右する化合物相の定性分析や定量分析、結晶性評価を実施できます。透過電子顕微鏡による評価も合わせることで、マイクロからマクロ領域の視点で、総合的に評価できます。

## 大気非暴露環境下における結晶構造評価事例

図1に、硫化物系固体電解質について、X線回折測定を実施した例を示します。電解質主相(LPS:  $\text{Li}_3\text{PS}_4$ )と想定される非晶質成分のハローに加え、電解質原料 ( $\text{Li}_2\text{S}$ と $\text{P}_2\text{S}_5$ )の未反応物質と想定される $\text{Li}_2\text{S}$ が検出されました。X線回折測定は、測定領域がミリオーダーのため、試料の代表的な情報(マクロ領域の平均情報)が得られます。また、試料中の結晶性成分の存在を高感度で評価できます。

図2に、同じ硫化物系固体電解質について、走査型透過電子顕微鏡による観察を実施した例を示します。正極部の微細組織や元素分布情報に加え、ピンポイントを狙って結晶性を評価できます。制限視野電子回折ではサブミクロン領域までの局所評価が可能です。

X線回折パターンと電子回折図形で、固体電解質のハローも、ほぼ整合がとれていることが確認できます。

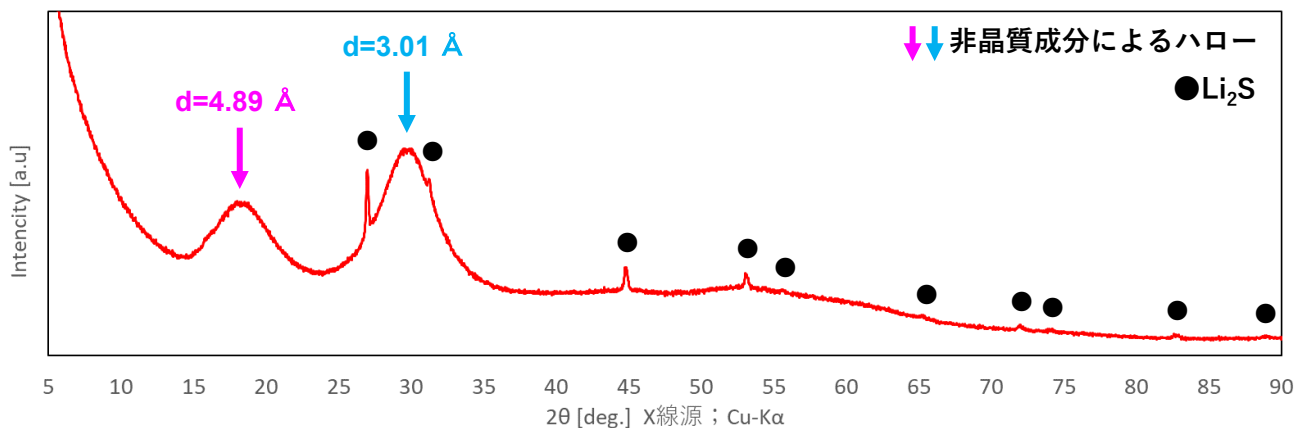


図1 硫化物系固体電解質のX線回折測定結果

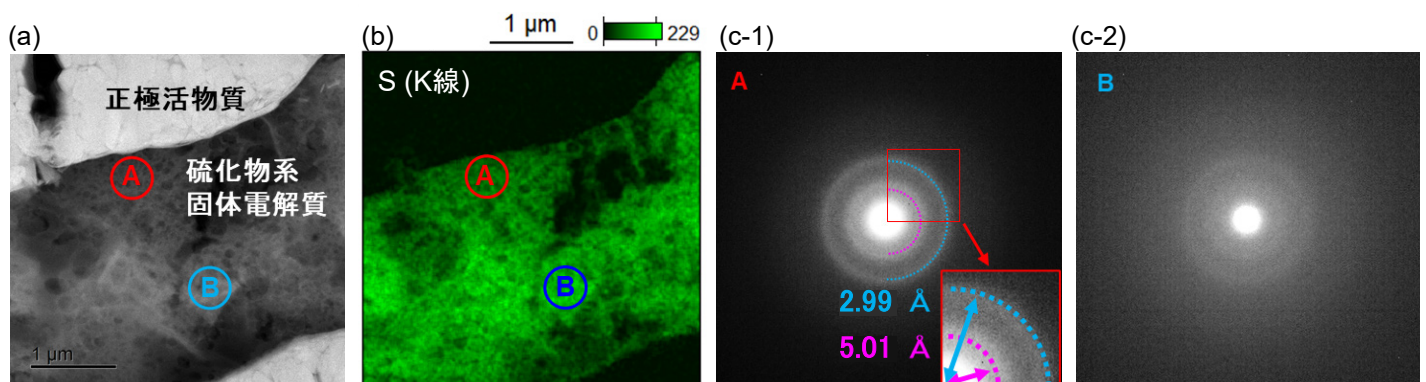


図2 硫化物系全固体電池の走査透過電子顕微鏡観察結果

(a)HAADF STEM像、(b)硫黄SのEDXマッピング結果 ネットカウント表示、(c-1)、(c-2) A位置もしくはB位置の電子回折図形※

※固体電解質のB位置は非晶質由来のハローのリング形状が不明確のため、A位置と比較して結晶性がより低いことが示唆される。



JFE テクノリサーチ 株式会社

<https://www.jfe-tec.co.jp>

0120-643-777

Copyright ©2024 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.  
本資料の無断複製・転載・webサイトへのアップロード等はおやめ下さい。