

透過電子顕微鏡法による 硫化物系固体電解質の局所結晶性評価

結晶質硫化物系固体電解質のFIB¹⁾薄膜化試料でナノスケールの結晶性を評価いたします。

硫化物系全固体リチウムイオン二次電池に用いられる固体電解質のTEM²⁾/STEM³⁾解析の現状

当社では、Li拡散挙動に影響する活物質-固体電解質、固体電解質-固体電解質界面の構造を明らかにするため、TEM/STEM像、EDX⁴⁾およびEELS⁵⁾による解析データを提供してきました。今回、適切な試料調整(FIB加工)と観察条件の選択により、これまで取得が困難であったアルジロダイト型硫化物固体電解質の結晶質を示す電子回折図形を得ることに成功しました。

アルジロダイト型硫化物固体電解質の結晶質を示す電子回折図形

FIB加工したアルジロダイト型硫化物の圧粉体(図1a)において、電子回折図形から結晶質であることを示す回折点(図1b)が認められました。電子回折図形は、 $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ (ICDD:01-086-5500)で説明可能です。一方、非晶質 Li_3PS_4 硫化物の電子回折図形は、非晶質由来のハローパターン(図1c、赤破線)が認められます。今後、充放電セルにおける硫化物の結晶性評価への応用が期待できます。

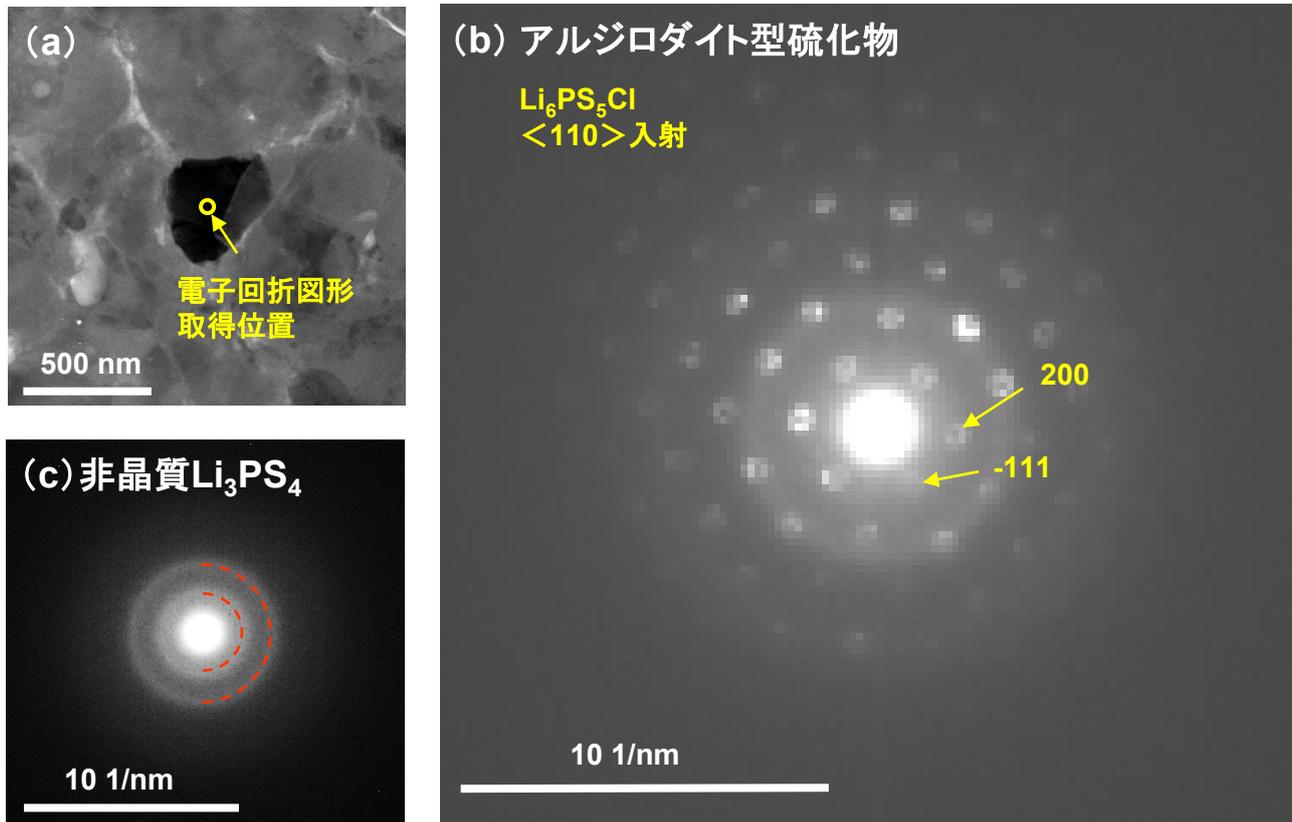


図1 電子回折を行った部分のSTEM像(a)、アルジロダイト型硫化物の電子回折図形(b)、非晶質 Li_3PS_4 硫化物の電子回折図形(c、当社リーフレット番号3E2J-328-00から引用)

1)集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)

3)走査透過電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)

5)電子エネルギー損失分光法(Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS)

2)透過電子顕微鏡法(Transmission Electron Microscopy: TEM)

4)エネルギー分散型X線分光法(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDX)