



# STEM-EDX・EELSを用いた正極活物質周辺における硫化物系固体電解質の充放電劣化解析

ナノスケールの形態観察や元素分析で電池材料を評価できます。

## 正極活物質-固体電解質界面におけるSTEM-EDX・EELSによる元素分析および化合物状態解析

硫化物系全固体電池の正極活物質および固体電解質界面では、充放電サイクルに伴う固体電解質の分解反応が報告されています。副生成物はリチウムイオンの移動を妨げるため、電池性能の劣化要因と考えられることから、ナノスケールで界面を評価することが重要です。今回、充放電サイクルを行った電池セルの正極活物質-固体電解質界面で、STEM<sup>※1</sup>によるEDX<sup>※2</sup>およびEELS<sup>※3</sup>同時取り込み線分析で元素分布と化合物状態を解析しました。

図1に示すADF STEM像の黄色の矢印位置で線分析を行いました。今回、EDX分析から得られるS/P原子%比を固体電解質の劣化の指標としました。Li<sub>3</sub>PS<sub>4</sub>が維持されていれば、S/P比が4に近いと考えられます。活物質近傍の領域「A」ではS/P比が2程度と低く、一方、領域「B」では「3以上」と相対的に高くなりました(図2)。

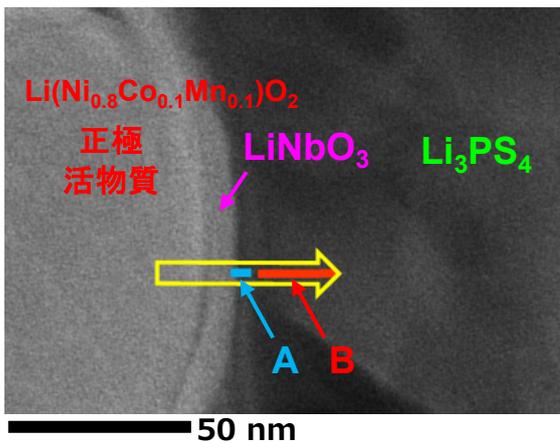


図1 正極活物質-固体電解質界面のADF STEM像

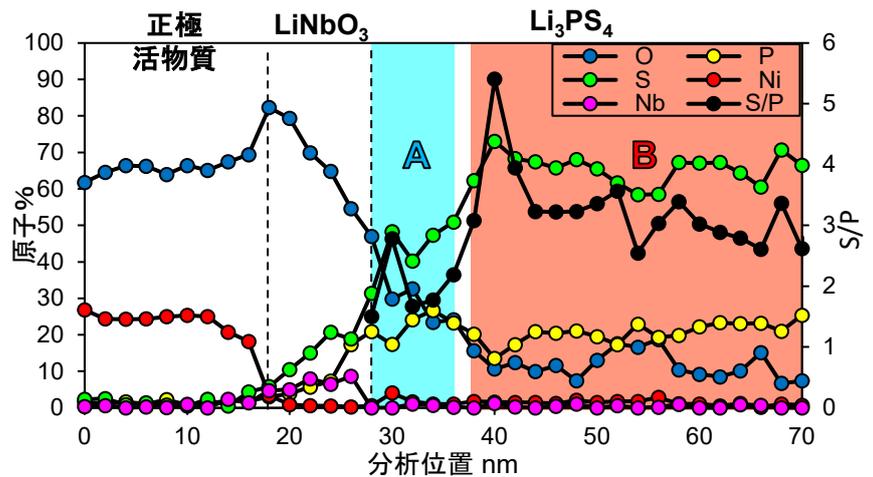


図2 EDX線分析結果(原子%表示)

図3に示すとおりS/P比が低い領域「A」で積算したP L吸収端スペクトルにPO<sub>x</sub>由来のピーク<sup>※4</sup>が認められました。一方、S/P比が高い領域「B」で積算したスペクトルにPS<sub>x</sub>由来のピーク<sup>※4</sup>が認められます。また、図4に示すとおり領域「A」において明瞭なO K吸収端スペクトル形状が認められます。このように、充放電サイクルを行った電池セルの活物質近傍の固体電解質のPO<sub>x</sub>の分布がわかります。

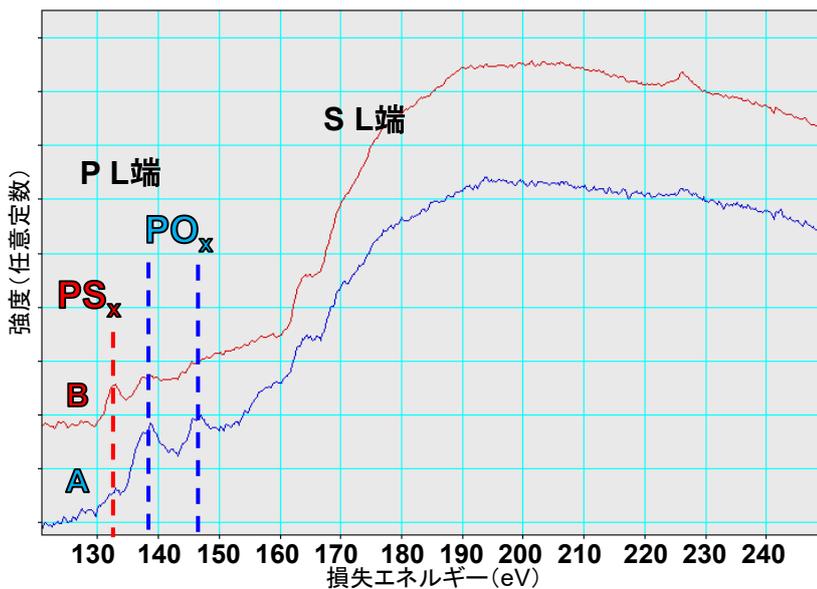


図3 P L端およびS L端 EELSスペクトル

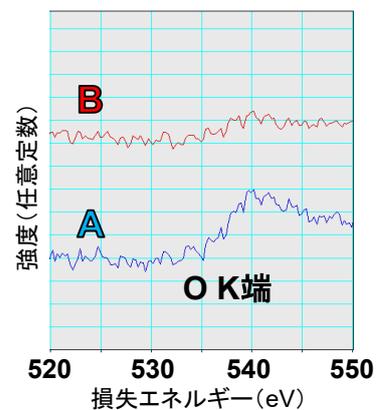


図4 O K端 EELSスペクトル

※1: Scanning Transmission Electron Microscopy (走査透過電子顕微鏡法)  
 ※2: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (エネルギー分散型X線分光法)  
 ※3: Electron Energy Loss Spectroscopy (電子エネルギー損失分光法)

※4: Maruyama, Genta, Shigekazu Ohmori, and Katsumi Yamada. "Nano-scaled Degradation Analysis of Sulfide Solid Electrolyte Around Cycled Cathode Material by STEM-EELS Technique." Electrochemistry 92.9 (2024): 097006-097006.



JFE テクノリサーチ 株式会社

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

0120-643-777

Copyright ©2025 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。

