

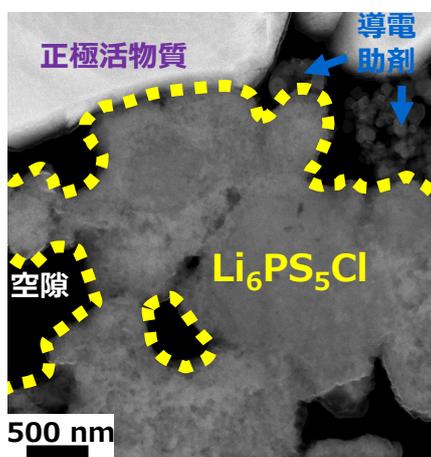
STEMによる固体電解質の結晶粒子の可視化 および結晶面積率の評価

固体電解質のミクロな結晶および非晶質の分布を可視化・評価します。

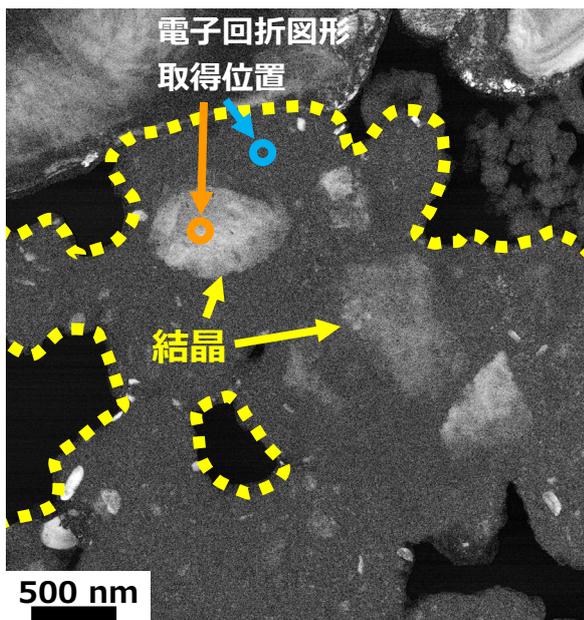
透過走査電子顕微鏡法(STEM)による固体電解質の結晶粒子の可視化

硫化物系全固体電池の構成材料である固体電解質 $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ は結晶性を有します。固体電解質の非晶質成分が多くなることでリチウムイオン電導度が低下すると考えられています。そのため、固体電解質の結晶・非晶質を区別して可視化および結晶面積率を評価することが重要といえます。今回、STEM法の観察条件を最適化することで、固体電解質の結晶を明るい輝度で可視化することに成功しました。

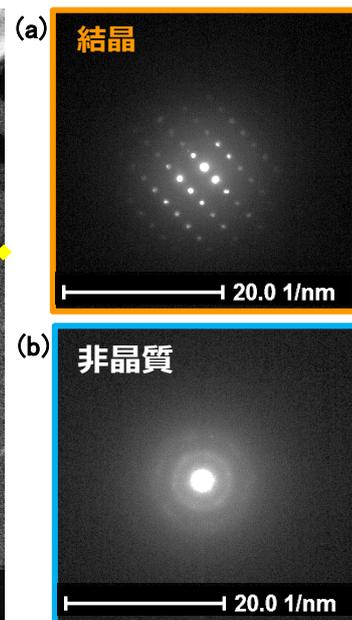
電子回折図形により、明るい粒子に回折点が認められ、暗い箇所にはハローが認められます。このことから、非晶質の輝度を暗く、結晶を明るく可視化できていることがわかります。



正極活物質と固体電解質界面におけるHAADF STEM像



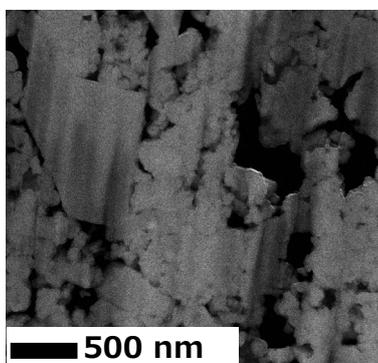
結晶を選択的に可視化する条件で取得したSTEM像、左図と同視野で取得した



固体電解質部で取得した電子回折図形

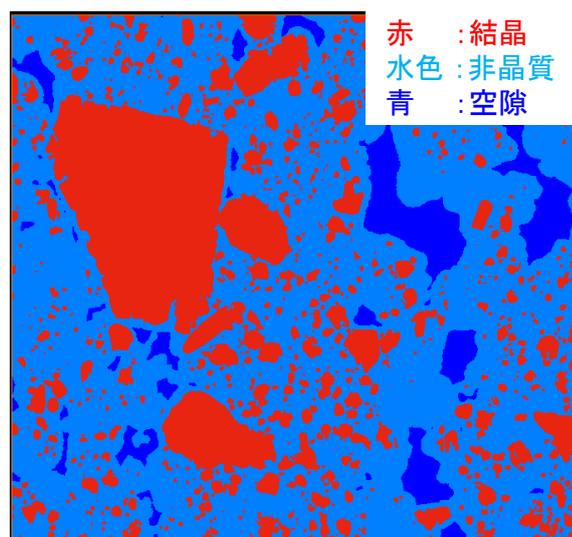
固体電解質の結晶面積率の評価

固体電解質 $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ だけで構成される試料について、最適化したSTEM観察条件でSTEM像を取得し画像解析により、固体電解質の結晶(赤)および非晶質(水色)、空隙(青)の3クラスに分けることに成功しました。この画像解析により、 $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ の結晶および非晶質の面積がわかります。空隙を除外した固体電解質の結晶面積率がおよそ52%であることがわかりました。



画像解析を行った視野のHAADF STEM像

※全ての結晶を可視化できない場合があります。
※複数の結晶相で構成されている場合、各相を分離して可視化することができない可能性があります。また、非晶質のクラスに結晶相が含まれる可能性もあります。



セグメンテーション結果、結晶を可視化する条件に最適化したSTEM像を画像処理し、結晶・非晶質・空隙の3クラスに処理した

