



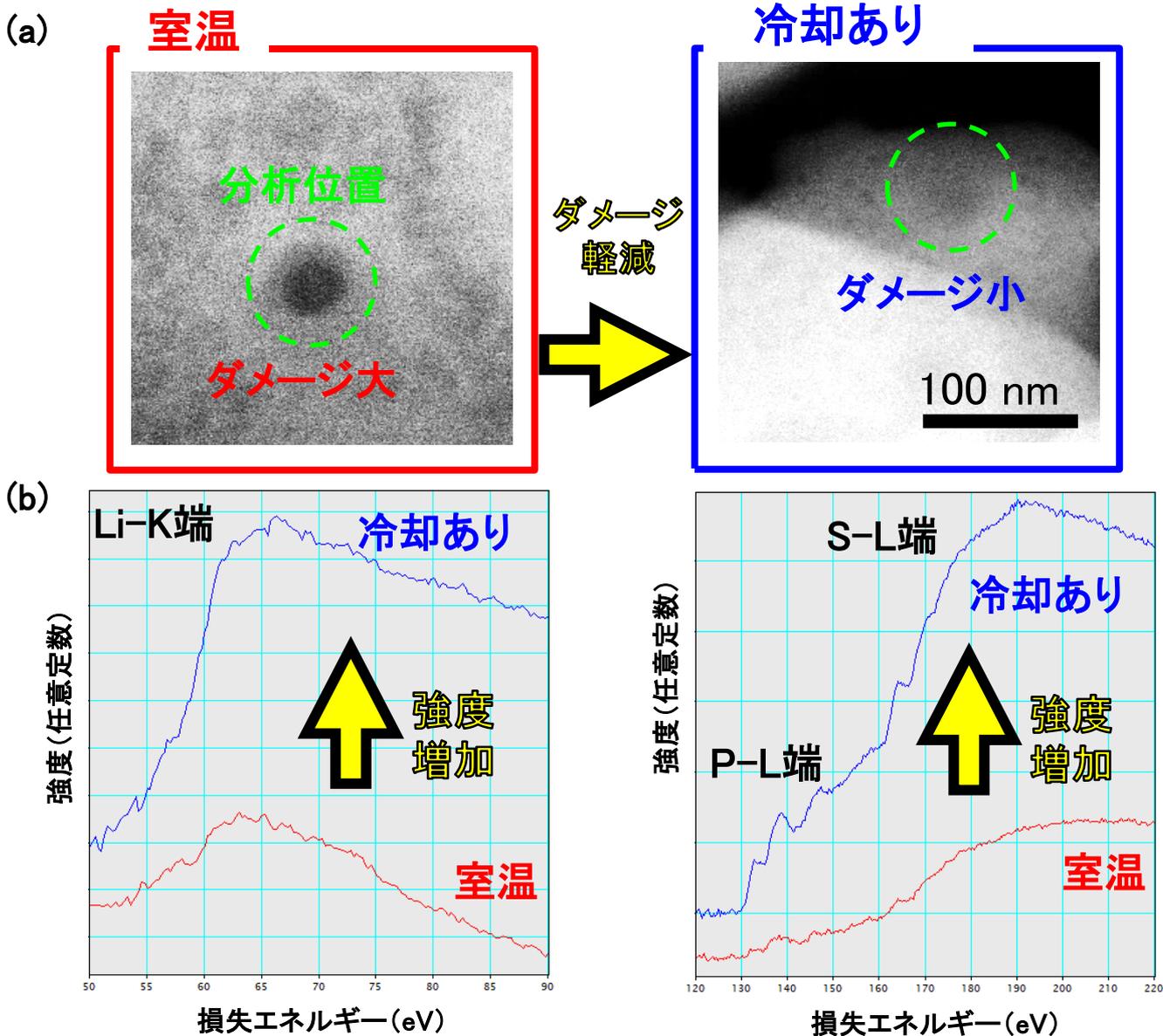
# クライオSTEM/EELS法による全固体電池の化学状態分析

大気非暴露搬送し、冷却しながら試料の組織および化学状態を評価いたします。

## 硫化物系全固体リチウムイオン二次電池のSTEM-EELSによる観察例

全固体リチウムイオン二次電池に採用される硫化物系固体電解質は、STEM<sup>※1</sup>の入射電子線によってダメージ(ビームドリリング)が生じる場合があります。電子線ダメージは、EELS<sup>※2</sup>分析など試料由来の信号強度の低下をもたらし、Liなどの化学状態評価が困難となります。当社は、大気非暴露かつ冷却状態でSTEM分析が可能な試料ホルダーを導入し、電子線ダメージの影響を軽減した固体電解質の化学状態評価が可能となりました。

下図は典型的な固体電解質(Li<sub>3</sub>PS<sub>4</sub>)のSTEM-EELS点分析結果です。図aのEELS点分析後のSTEM暗視野像において、室温下では、分析位置に暗いコントラストの分析痕が認められ、試料欠損(電子線ダメージ)が生じていることがわかります。一方、冷却試料に明瞭な分析痕は認められません。また、図bのEELSスペクトルでは、Li-K端、P-L端およびS-L端ともに冷却条件下で信号強度が相対的に高く、試料冷却で電子線ダメージが大幅に軽減しました。



図(a): 硫化物系固体電解質粒子のSTEM像  
 図(b): Li-K端、P-L端およびS-L端のEELSスペクトル  
 分析時間: 20秒、分析時部プローブ径: 1 nm以下

※1 走査透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)  
 ※2 電子エネルギー損失分光法 (Electron Energy Loss Spectrometry: EELS)