

硫化物系固体電解質の高精度組成分析

全固体電池に用いられる硫化物系固体電解質のバルク組成分析にはICP発光分光分析法(ICP-OES)が有用であるが、その分析結果の確からしさは測定のための前処理に大きく依存する。硫黄(S)は前処理における揮散損失や測定前の価数調節など分析に注意を要する元素であるが、東レリサーチセンターでは独自のノウハウに基づいた高精度なバルク組成分析が可能である。

P₂S₅の組成分析

硫化物系固体電解質の原料に用いられるP₂S₅について、アルカリおよび酸を用いた前処理を行い、試料組成を求めた。

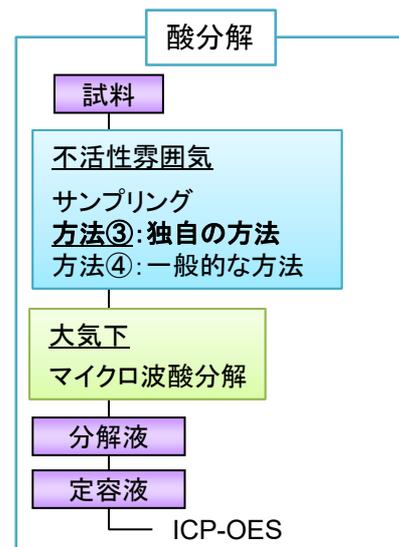
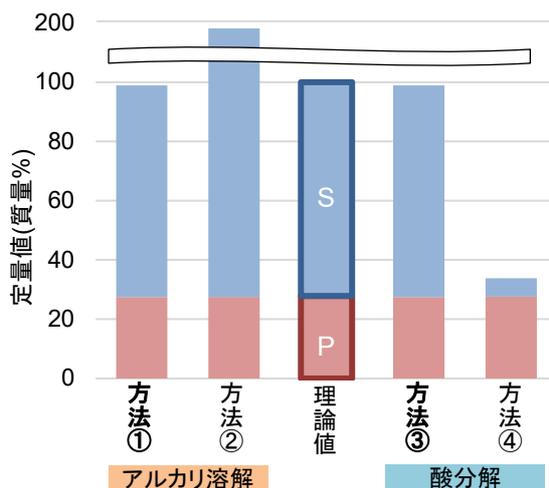
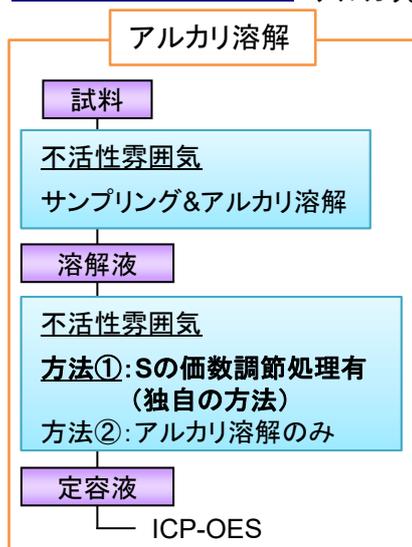


図1 P₂S₅の定量分析結果

繰り返し3回分析の平均値、理論値は純度100%と仮定

アルカリ溶解 Sの揮散は抑制できるが、価数を調節しなければ大きな測定誤差
酸分解 独自のサンプリング方法を適用することで、酸分解によるSの揮散を抑制可能
ハロゲンや金属など組成に応じて最適な前処理方法を選択

Li₆PS₅Cl: アルジロナイト型硫化物系固体電解質の組成分析

アルジロナイト型硫化物系固体電解質(Li₆PS₅Cl)に**方法①(アルカリ溶解+価数調節処理)**を適用してICP-OESおよび原子吸光分析法(AAS)により測定し、SやClなどの酸成分の測定に汎用的なイオンクロマトグラフィー(IC)の結果と比較した。

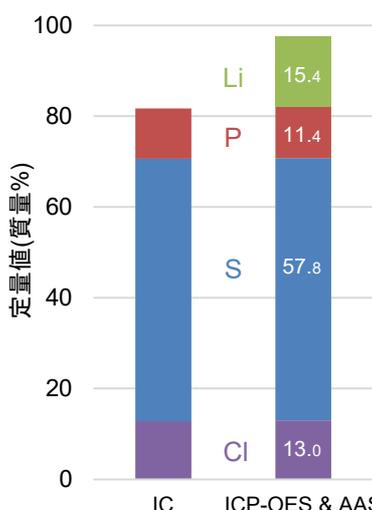


図2 アルカリ溶解での定量分析結果
繰り返し2回分析の平均値

ICでは、S, PをSO₄²⁻, PO₄³⁻として測定

- ・良好なマテリアルバランス
→SやClの揮散を抑制
- ・ICとICPのS, P分析値が良好な一致
→価数調節処理によりS, PがそれぞれSO₄²⁻, PO₄³⁻に酸化されていることを再確認

表2 原子数比換算値 (ICP-OES & AASの分析値より換算)

	Li	P	S	Cl
分析値	6.06	1	4.91	0.996
設計値	6	1	5	1

- ・少量の試料(20~30 mg)でも定量精度を確保可能
- ・実試料においても**SやClを含めた組成を高精度に分析**

有効数字2桁、3桁目参考値

表1 ICPでのClの測定変動

分析回数	相対変動(%)
1回目	0.57
2回目	0.45

繰り返し4回測定時

ハロゲンを高精度で測定
できるICP-OES装置を保有

共存成分や構成元素に応じた前処理の適用により硫化物系固体電解質の組成分析が可能に!!