



HAL
open science

**Apport de la spectrométrie photoélectronique à la
caractérisation des interfaces dans les accumulateurs
tout-solide $\text{Li}[\text{Li}^t \text{Ti}^{1-t}] \text{S}_2$ (t**

Mathieu Caspar, Yohan Biecher, Yann Tison, Brigitte Pecquenard, Frédéric
Le Cras, Hervé Martinez

► **To cite this version:**

Mathieu Caspar, Yohan Biecher, Yann Tison, Brigitte Pecquenard, Frédéric Le Cras, et al.. Apport de la spectrométrie photoélectronique à la caractérisation des interfaces dans les accumulateurs tout-solide $\text{Li}[\text{Li}^t \text{Ti}^{1-t}] \text{S}_2$ (t

HAL Id: hal-03810451

<https://univ-pau.hal.science/hal-03810451>

Submitted on 11 Oct 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Apport de la spectrométrie photoélectronique à la caractérisation des interfaces dans les accumulateurs tout-solide



Mathieu Caspar^a, Yohan Biecher^{b,c}, Yann Tison^a, Brigitte Pecquenard^c, Frederic Le Cras^b, Hervé Martinez^{a,*}

^a Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, IPREM, Pau, 64000, France

^b Université Grenoble Alpes, CEA, LITEN, DTNM, Grenoble Cedex 9, 38045, France

^c Université de Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB UMR 5026, F-33600, Pessac, France

CONTACT* : herve.martinez@univ-pau.fr

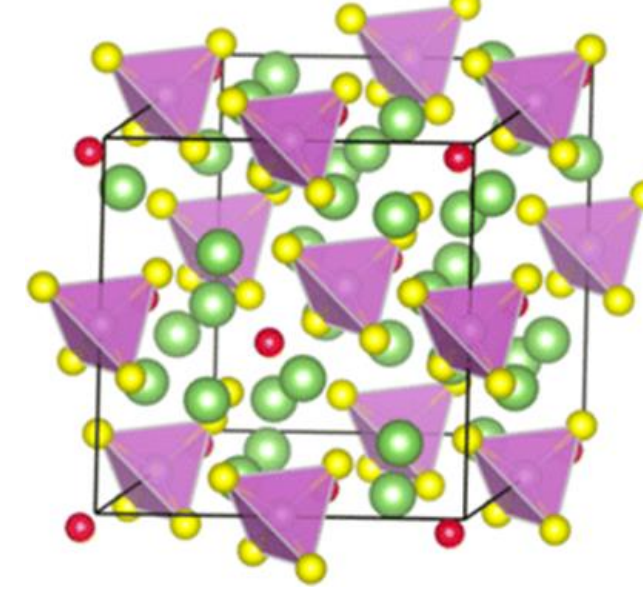
Problématique

- Développement de batteries au lithium à électrolyte solide
- Electrolyte sulfure à haute conductivité ionique à température ambiante (10^{-3} - 10^{-2} S.cm⁻¹)
- Domaine de stabilité réduit (1,8V -2,5V)
- Utilisation d'une nouvelle famille d'électrodes positives

Objectifs

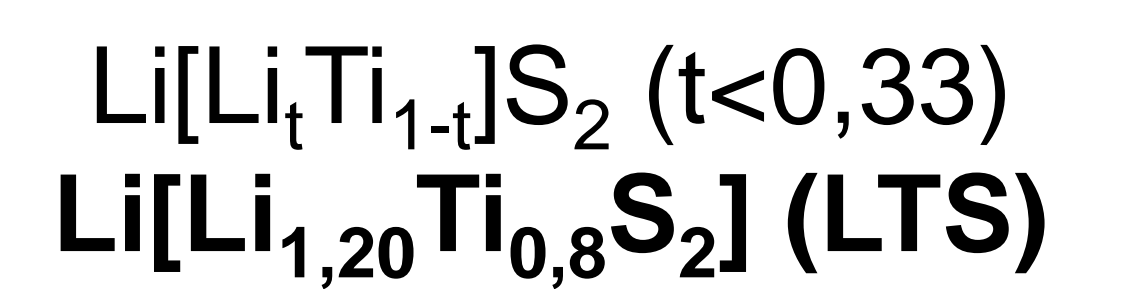
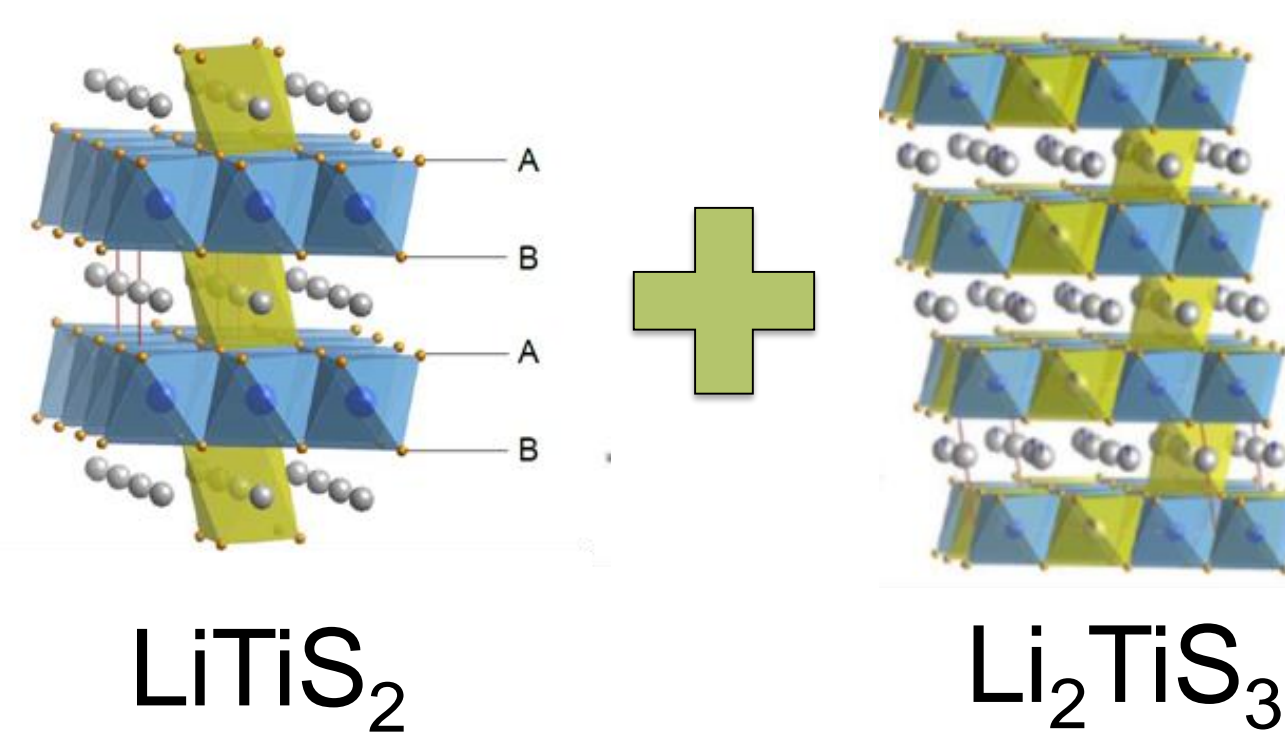
- Etude des interfaces entre l'électrolyte solide et une électrode d'insertion de type sulfure
- Etude du comportement électrochimique de cellules tout-solide

Electrolyte Argyrodite (Li_{5,7}PS_{4,7}Cl_{1,3}) :



- Conductivité ionique : 6,4 mS.cm⁻¹ à température ambiante

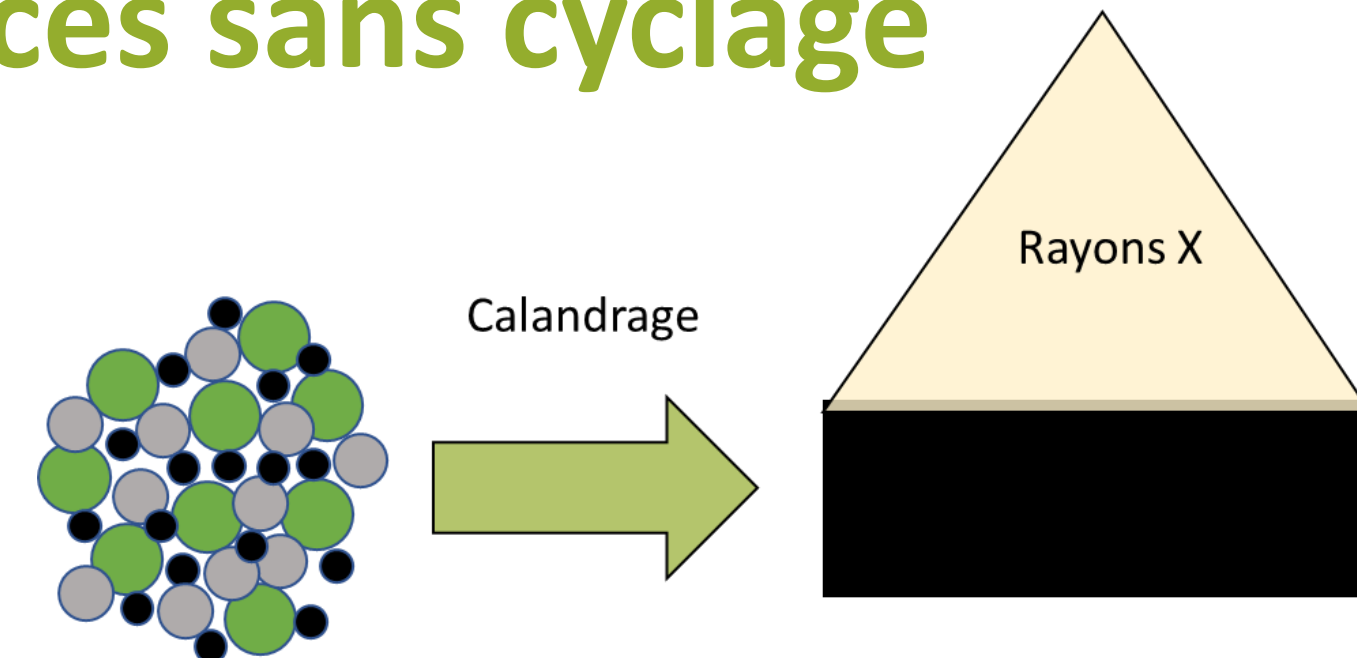
Nouvelle famille de sulfures lamellaires :



- Capacité : 265 mAh.g⁻¹
- Potentiel moyen : 2,5 V

Etude des interfaces sans cyclage

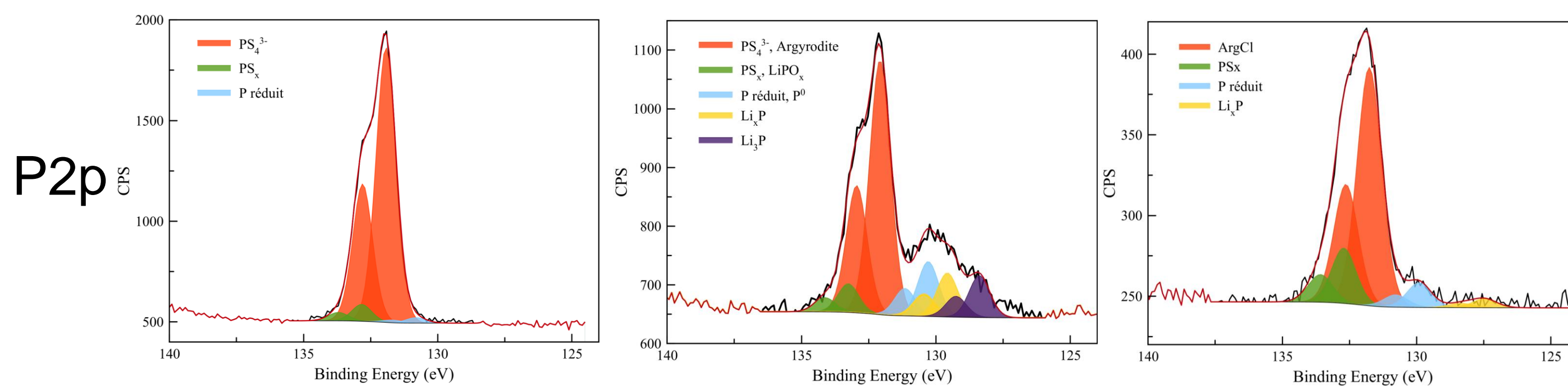
- Etude interfaces dans l'électrode positive par fabrication d'une pastille composite



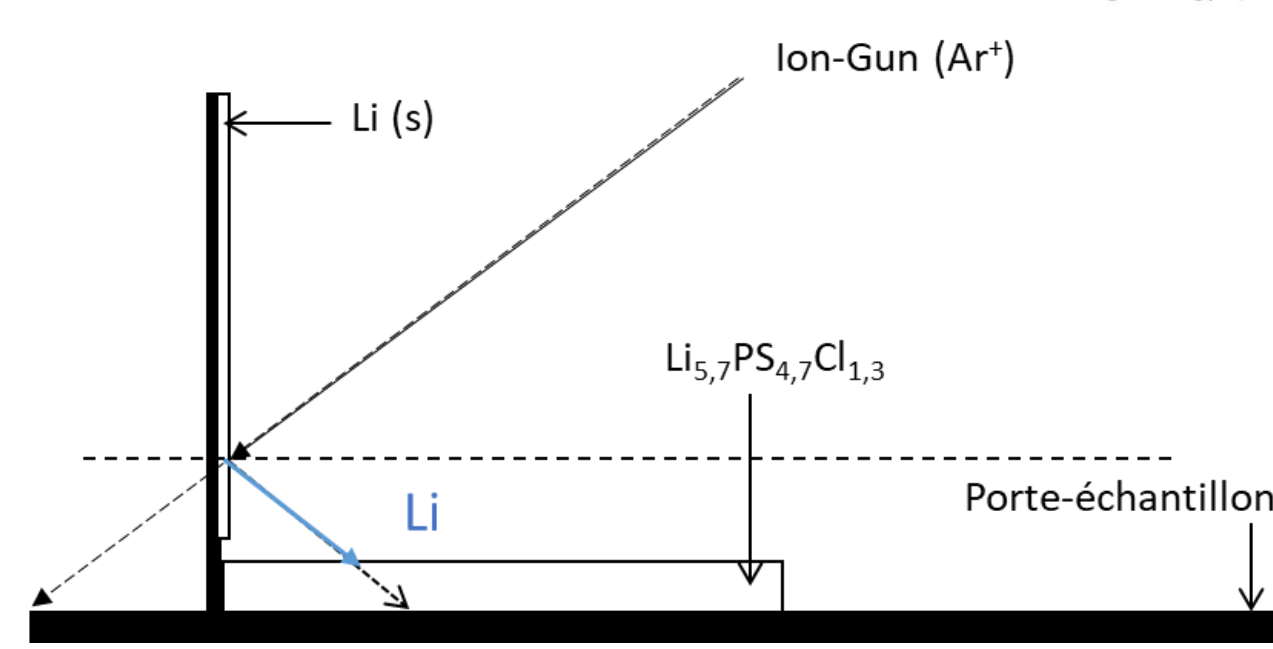
Argyrodite

Argyrodite + LTS

Argyrodite + LTS + noir de carbone

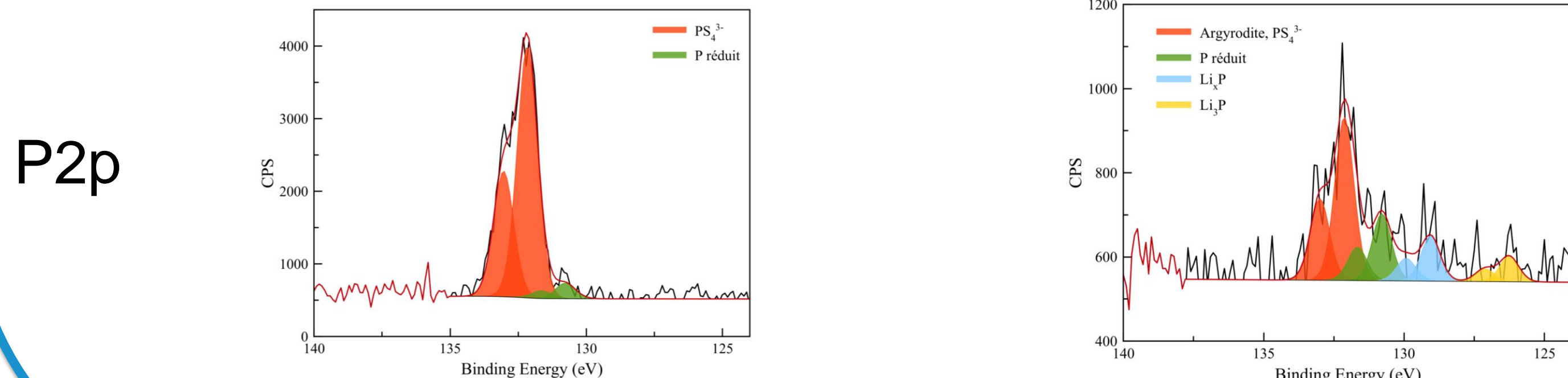


- Etude interface électrolyte / Li⁰ (électrode négative) par lithiation *in-situ*



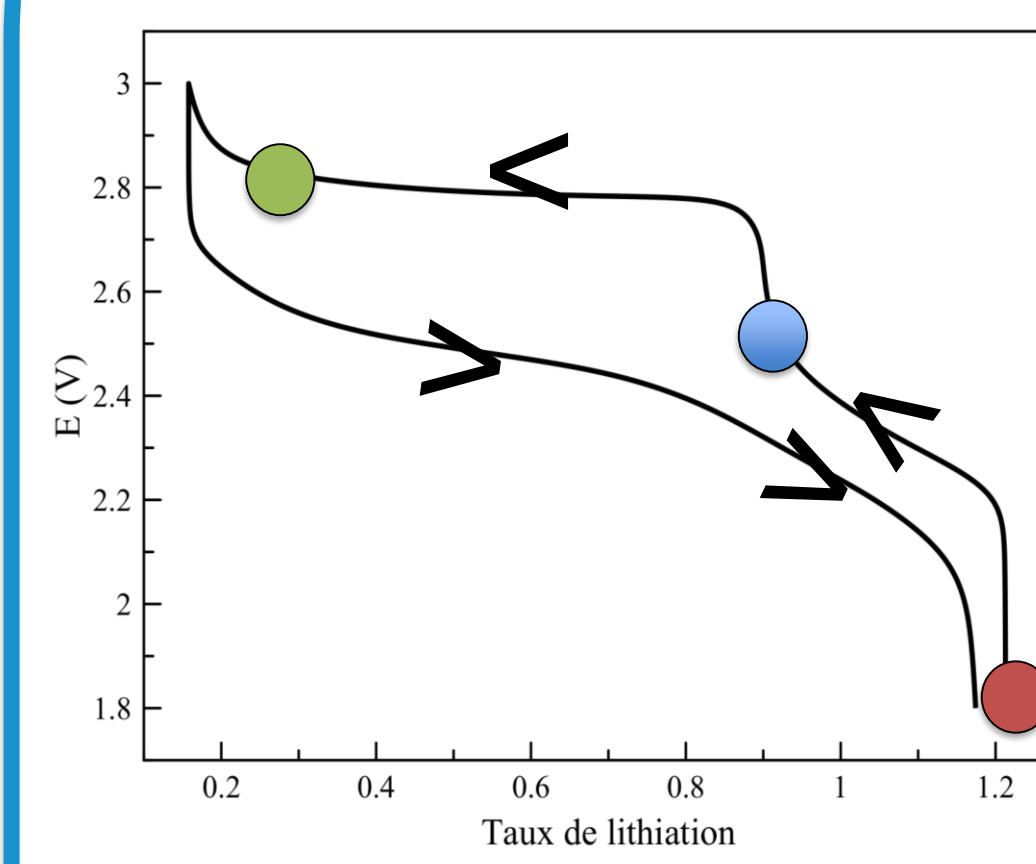
Argyrodite avant lithiation

Argyrodite après lithiation

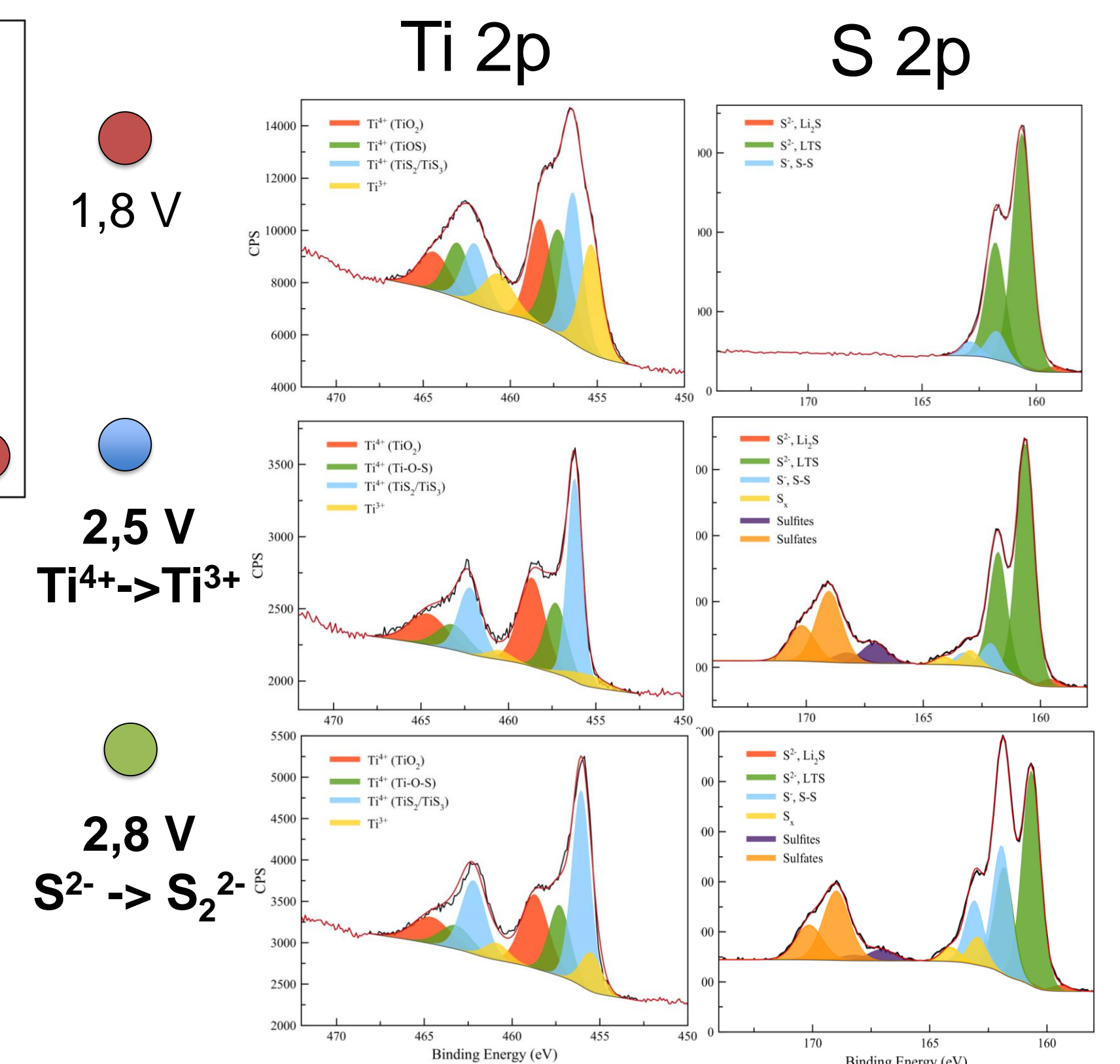


- Réduction du P de l'argyrodite au contact de Li⁰

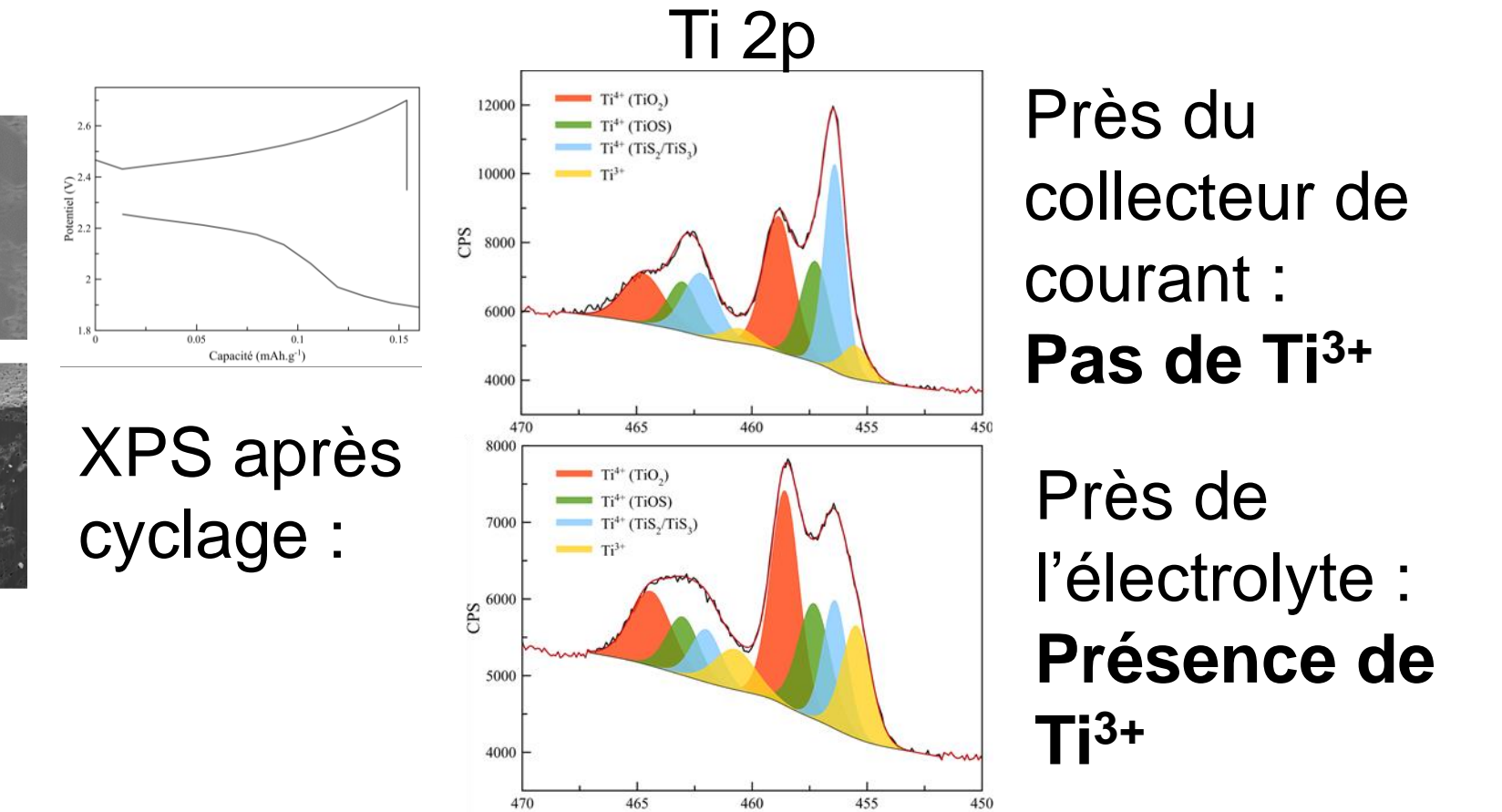
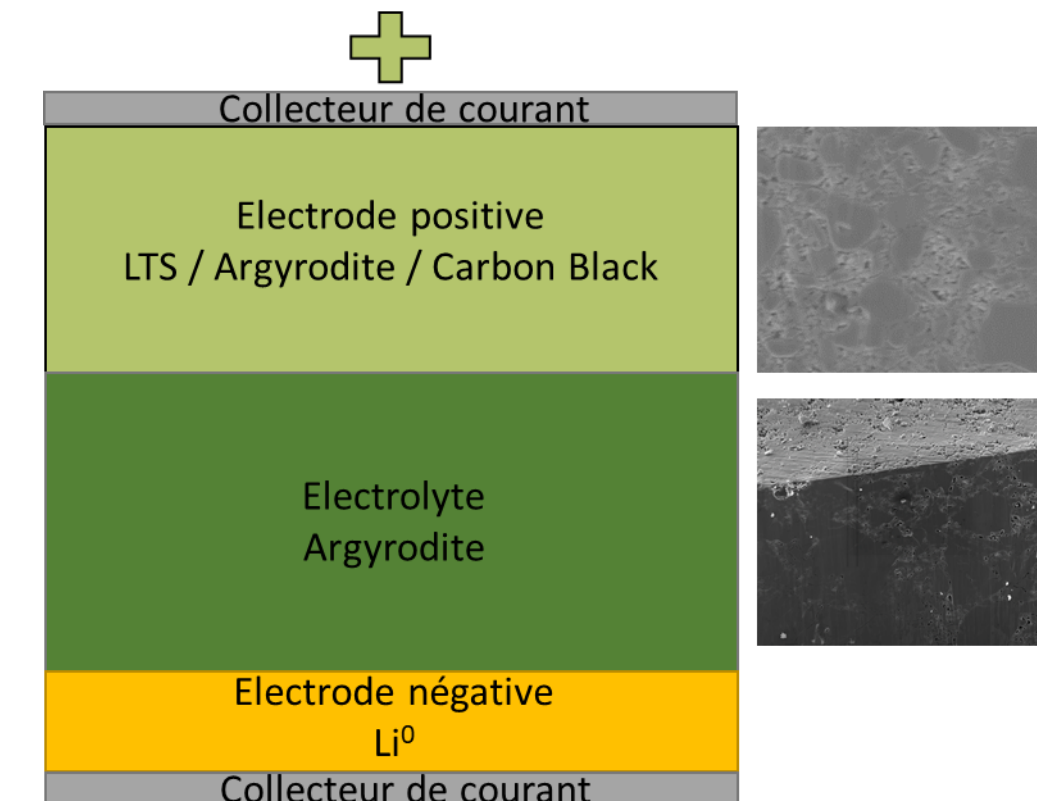
Etude du comportement électrochimique de LTS avec électrolyte liquide



- Contribution des couples Ti⁴⁺/Ti³⁺ et S²⁻/S₂²⁻ aux processus électrochimiques

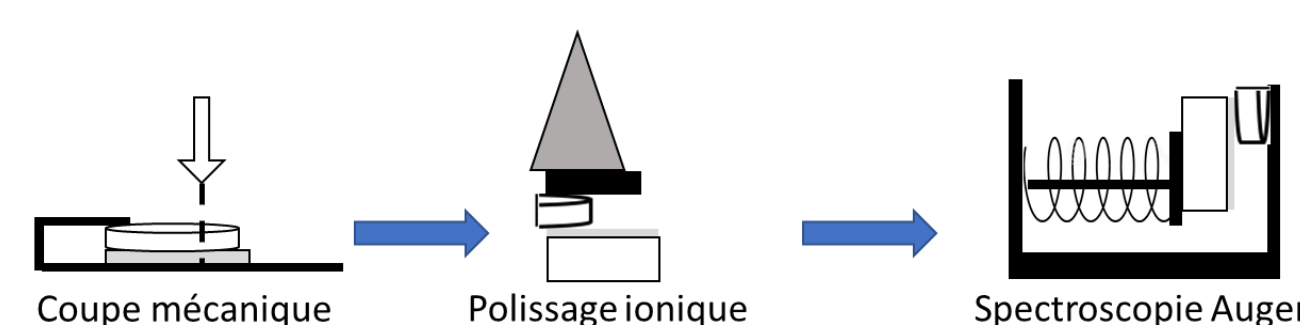


Etude du comportement électrochimique de LTS en cellule tout-solide

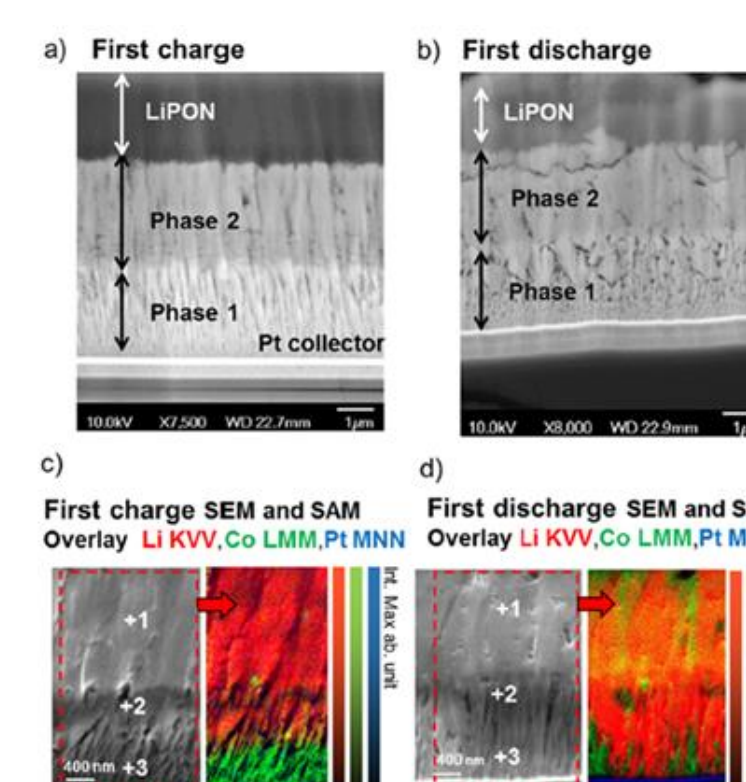


- Capacité très faible : réaction limitée à l'interface électrolyte / électrode positive
- Optimisation de l'assemblage nécessaire

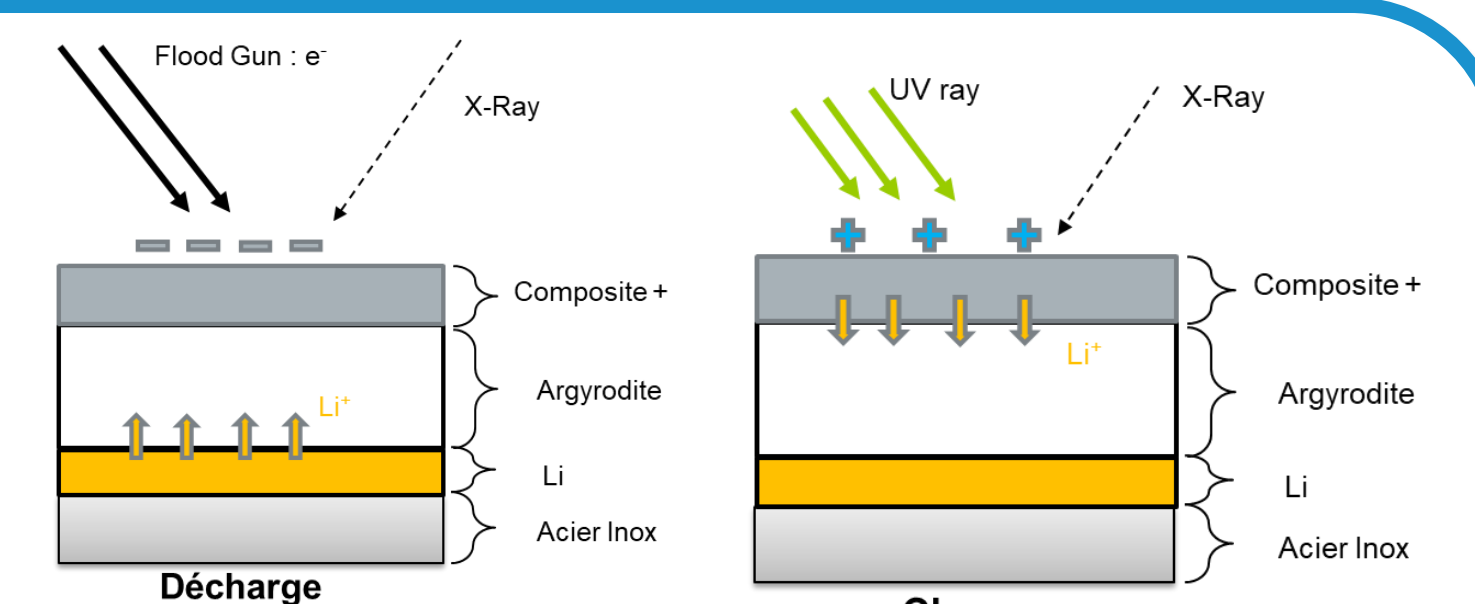
Perspective : interfaces en cellule tout-solide



Cartographie Auger en cross-section



Cartographie chimique d'une interface LiCoO₂/LIPON par AES
A. Uhart et al., ACS Appl. Mater. Interfaces, 2017.



XPS Operando

Inspiré de Wenzel et al., Solid State Ionics, 2015