



# 全固体リチウム二次電池用正極材料の薄膜 X 線回折測定

山本 貴之, Kee Yongho  
名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：全固体リチウム二次電池, 電極活物質, パルスレーザー堆積

## 1. 背景と研究目的

スマートフォンやラップトップ PC に用いられるリチウムイオン電池では、高いエネルギー密度が求められるため、高い酸化還元電位（約 4 V vs Li<sup>+</sup>/Li）を持つ LiCoO<sub>2</sub> などの正極材料が用いられている。近年では腕時計型端末や眼鏡型端末など、人が身につける電子デバイスが普及しており、より安全性の高い電池が求められる。さらなる IoT 社会の発展に向けて、適材適所な電池設計が必要であり、多種多様なニーズに対応するための材料開発が必要になる。Fe<sub>2</sub>(MoO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (FMO) は酸化還元電位が約 3 V vs Li<sup>+</sup>/Li とやや低い、サイクル安定性が高い、充放電時の体積変化が小さい、原材料費が安価であるといった特徴を有している<sup>1</sup>。我々はすでに、パルスレーザー堆積 (PLD) 法を用いて集電体基板上に FMO 膜を成膜することに成功している<sup>2</sup>。本研究では、FMO の全固体電池への展開を目指し、固体電解質基板上に PLD 成膜した FMO 膜の結晶構造を X 線回折 (XRD) 測定により調べることを目的とする。

## 2. 実験内容

リチウムイオン伝導性ガラスセラミックス LICGC AG-01 シート (株式会社オハラ) 上に FMO 膜を PLD 成膜し、薄膜 XRD 測定用の試料とした (FMO/LICGC)。薄膜 XRD 測定はあいち SR BL8S1 ビームラインで行った。波長 1.355 Å のシンクロトロン光を入射角  $\omega = 2.0^\circ$  で固定して試料に入射し、二次元半導体検出器 PILATUS 100K を用いた 2 $\theta$  スキャンを室温で行った。

## 3. 結果および考察

XRD 測定の結果を Figure 1 に示す。FMO/LICGC の XRD パターンは LICGC AG-01 シートと FMO ターゲットの XRD パターンの足し合わせで表されており、その他の不純物ピークは観測されなかった。結晶構造をより詳細に調べるため、Le Bail 法により格子定数を求めた (Table 1)。成膜前後において LICGC 及び FMO の格子定数に変化はなく、PLD 成膜による構造変化はほとんどないと考えられる。今後は本試料を用いて全固体電池を作製し、その電池性能を評価する。

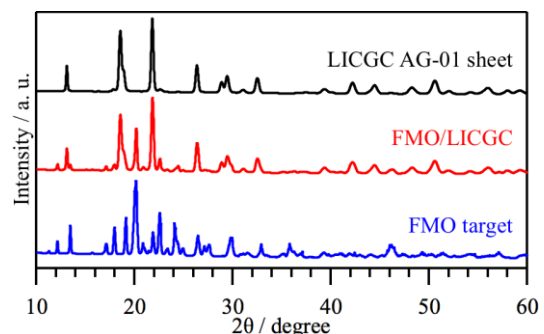


Figure 1. Synchrotron XRD patterns of LICGC AG-01 sheet, FMO/LICGC and FMO target.

Table 1. Lattice constants of samples calculated by Le Bail method.

Space group	R3c		P2 <sub>1</sub> /a			
	a / Å	c / Å	a / Å	b / Å	c / Å	$\beta / ^\circ$
LICGC AG-01 sheet	8.3759(5)	20.771(2)	-	-	-	-
FMO/LICGC	8.3755(4)	20.725(1)	15.6705(6)	9.2352(4)	18.2252(8)	125.258(2)
FMO target	-	-	15.6910(9)	9.2431(5)	18.235(1)	125.168(3)

## 4. 参考文献

- S. Cotte *et al.*, *J. Alloys Compd.*, **735**, 1454–1462 (2018).
- 山本貴之ら, あいちシンクロトロン光センター2020年度公共等利用成果報告書, 202002096.