

酸化物固体電解質に関する測定

石垣 範和 名古屋大学大学院工学研究科

キーワード:全固体電池、酸化物材料

1. 背景と研究目的

酸化物系全固体リチウム二次電池は、高い安全性と高エネルギー密度を有する次世代二次電池として期待されている。しかし、酸化物固体電解質は硬く、高温焼結を必要とする結晶材料であるため、電極/固体電解質界面の接触が不十分となり界面抵抗が高抵抗化し、電池特性が低下する課題が指摘されている。この課題に対し、申請者は低融点無機酸化物であるリン酸塩を開発し、高温焼結を行わず200℃以下での電極/固体電解質の接合を可能とし、高温焼結を必要とせず、電極/固体電解質界面の構築を試みた。本研究では150℃以下での接合、正極材料LiCoO₂/リン酸塩を試み、LiCoO₂側から光を透過させリン酸塩のP K-edgeをXANES測定にて測定することで界面の不純物形成を評価した。

2. 実験内容

一軸プレス(ϕ 10 mm、加圧表示 40MPa)にて、ペレット化させた LiCoO₂ を 500°C、6 h にて焼結させた LiCoO₂ ペレットを作製した。その後、Ar 雰囲気下にて、予め合成していた低融点無機酸化物であるリン酸塩を LiCoO₂ ペレット状に乗せ、ヒーターを用い 150°Cにて加熱、冷却することで無機リン酸塩 /LiCoO₂ サンプルを作製した。最後に、室温にて LiCoO₂ を物理的に破壊、研磨し LiCoO₂ 層の厚さを薄くすることで測定サンプルを作製した。測定は BL6N1 で行い、LiCoO₂ 側からビームを当て、リン酸塩の P K-edge の測定を行い、温度依存性を調べた。

3. 結果および考察

図 1 に、全電子収量法で測定した無加熱 (25℃)で測定したリン酸塩由来の P K-edge の測定結果と、150℃で加熱し LiCoO₂ と接合させたリン酸塩の P K-edge の測定結果を示した。この結果、加熱前後において、ピーク形状に大きな変化が確認出来なかった。この結果は、部分蛍光収量法でも同様であったことから、少なくとも LiCoO₂/リン酸塩界面において、150℃の加熱では変化が確認できないレベルで酸化物の接合が可能であることが明らかとなった。

今後は名古屋大学にて解析を進める予定である。

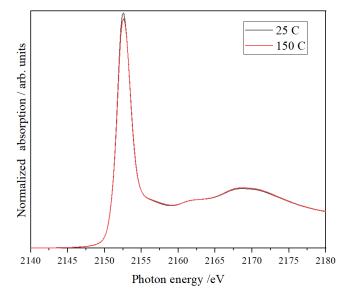


図 1. LiCoO₂/リン酸塩の P K-edge 加熱温度依存性 (25℃ (無加熱)、150℃加熱)