



酸化物系バルク型全固体二次電池材料の結晶構造解析

山本 貴之

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，正極材料

1. 背景と研究目的

スマートフォンやノートパソコンといったポータブルデバイスは現代の我々の生活に欠かせないものになっており、近年では眼鏡型端末や腕時計型端末など、身に付けるものにもコンピューターが内蔵されるようになってきている。さらに、近い将来には電気自動車の本格普及も見込まれており、これらの動力源となる電池の性能向上に対する需要が高まっている。使用箇所や用途によって電池に求められる性能が異なることから、需要に見合った電池材料を供給する必要がある。そこで我々は、代表的な正極活物質であるコバルト酸リチウム粒子の粒径や結晶構造等を制御して合成することを目的に研究を行っている。コバルト酸リチウムの合成過程では、まず尿素均一沈殿法により前駆体粒子を合成する。続いて前駆体粒子を加熱することで酸化コバルトを合成し、最後に酸化コバルトと炭酸リチウムを混合、加熱することでコバルト酸リチウム粒子を合成する。すなわち、コバルト酸リチウム粒子の粒径等を制御するためには、前駆体粒子の制御が重要な因子となる。本研究では種々の条件で合成した前駆体粒子を用いてコバルト酸リチウム粒子を合成し、粒子サイズと結晶構造について調べた。

2. 実験内容

種々の条件下で、尿素均一沈殿法により前駆体粒子を合成した。前駆体粒子を加熱することで酸化コバルト粒子とし、さらに炭酸リチウムと混合、加熱することでコバルト酸リチウム粒子を合成した。合成したコバルト酸リチウム粒子はレーザー回折式粒度分布測定により粒度分布を測定し、放射光 X 線回折 (XRD) 測定により結晶構造を調べた。放射光 XRD 測定はあいち SR BL5S2 ビームラインで行った。試料をソーダガラスキャピラリー ($\phi 0.5$ mm) に封入し、入射光には波長 1.033 Å のシンクロトロン光、検出器には二次元半導体検出器 PILATUS 100K 4 連装を用い、室温で測定を行った。

3. 結果および考察

粒度分布測定の結果、合成したコバルト酸リチウム粒子はいずれも単分散な分布を持ち、平均粒径は $2 \sim 14$ μm の範囲で制御されていることがわかった。これらの試料について行った放射光 XRD 測定の結果を Fig. 1 に示す。いずれの試料も層状岩塩型構造のコバルト酸リチウムであることが明らかになった。以上の結果から、前駆体合成時の尿素均一沈殿法の条件を変化させることで、最終生成物であるコバルト酸リチウムの粒径を制御して合成することに成功した。

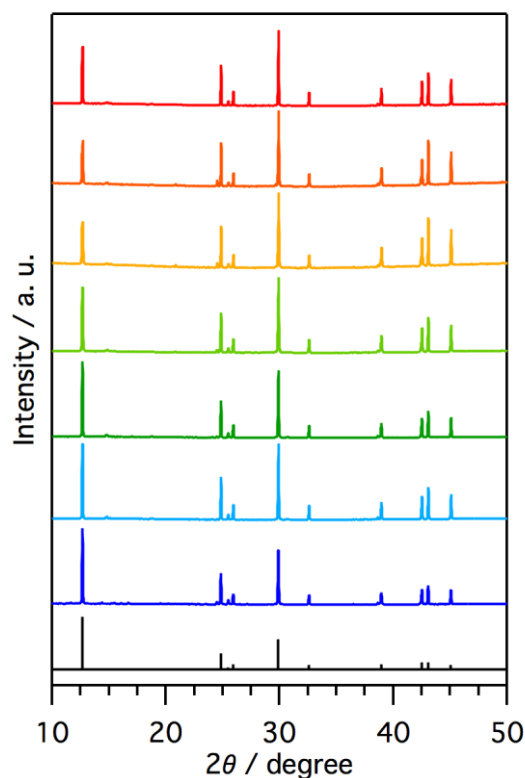


Fig. 1. Synchrotron XRD patterns of the synthesized lithium cobaltate measured with synchrotron radiation of $\lambda = 1.033$ Å. Along top to bottom, the mean diameter of particles measured by laser diffraction gets smaller. The black curve denotes a simulated pattern.