

利用課題名：リチウム二次電池正極界面のその場観察—モデル電極を用いた電極反応中の構造変化の中性子反射率測定による観察

英文利用課題名：In-situ observation of the electrode surface for lithium battery cathode. - Observation of surface structure changes during the electrochemical reactions using epitaxial model electrodes and neutron reflectivity

米村 雅雄¹⁾ 平山 雅章²⁾ 菅野 了次²⁾
Masao YONEMURA Masaki HIRAYAMA Ryoji KANNO

¹⁾茨大院理工 ²⁾東工大院総理工

電極界面での電極反応を理解するため、モデル電極を用いた理想電極界面を構築する。本実験はその場測定の前にモデル電極材のキャラクタリゼーションのため、モデル電極の中性子反射率測定を行った。これまで10x10mmの薄膜しか成膜できなかったが、本実験で20x20mmの基板上に成膜でき、さらに薄膜の構造情報が得られること条件を見出した。

キーワード：リチウム二次電池、反射率測定

1. 目的

近年のサステナブルな社会を実現するための次世代のエネルギー変換・貯蔵デバイスの開発が望まれている。例えば急速に需要が伸びているハイブリットや電気自動車においては、高出力で動作するリチウム二次電池の開発が急務とされている。高出力システムの開発上の問題は、電極界面での電気化学反応が律速となっている点である。しかし、電極界面での電気化学反応はこれまで全く明らかにされていない。本研究では、固体電極と有機溶媒による電解液間の固液ヘテロ界面での電気化学反応を明らかにすることで電池特性の改善を目指している。本実験では中性子反射率測定ように大面積化したモデル電極のキャラクタリゼーションを最大の目的とし、その場測定の基礎データとする。

2. 方法

モデル電極は、リチウム二次電池材料として利用されているLiFePO₄をPLD法によりSrTiO₃(以後STO)基板上にエピタキシャル膜として成膜した。成膜条件は、基板温度600度で、KrFレーザーで130-150mJ, 10Hzでターゲットに照射し得た。成膜時間は60分、Ar雰囲気3.3Pa中で行った。X線反射率測定により、事前にX線回折および反射率測定しエピタキシャル膜であることを確認した。JRR-3に設置されたSUIRENで中性子反射率測定を行い、大面積の反射率プロファイルとX線反射率測定による狭い範囲の反射率プロファイルを比較した。

3. 研究成果

$q_z=0.08-0.8\text{\AA}^{-1}$ の範囲でSTO上に成膜したLiFePO₄のエピタキシャル薄膜の反射率プロファイルを測定した。しっかりとしたフリンジが観測され、大面積への成膜が可能であることを明らかにできた。さらに膜の構造を明らかにするため、プログラムParratt32を用いて詳細な解析を行った。その結果、X線反射率測定の結果と同様の約26nmの膜であることを明らかにすることができた。

4. 結論・考察

本実験では、比較的膜厚の薄い試料を測定したのも起因するが広い q 範囲で測定を実施したため、膜の同定しか行うことができなかった。その結果、電場をかけたその場測定をする実験時間が不足し、十分な成果を得ることができなかった。しかし、大面積につけた膜を入射ビームの細いX線反射率測定を工夫することで、十分に事前に評価でき、中性子実験に適した膜を準備する技術が得られたため、次回以降の実験で成果を上げられる手応えを得ることができた。

5. 引用(参照)文献等

なし