

# 金属単結晶基板上に成膜した $\text{LiCoO}_2$ エピタキシャル薄膜の配向制御

## Control of crystal orientation of $\text{LiCoO}_2$ epitaxial thin films

### grown on metal single crystal substrates

東北大 AIMR<sup>1</sup>, 九大工学研究院<sup>2</sup>, 東大総合研究機構<sup>3</sup>, ファインセラミックセンター<sup>4</sup>

○白木将<sup>1</sup>, 高木由貴<sup>1</sup>, 春田正和<sup>1</sup>, 清水亮太<sup>1</sup>, 鈴木竜<sup>1</sup>, 佐藤幸生<sup>2</sup>, 幾原雄一<sup>1,3,4</sup>, 一杉太郎<sup>1</sup>

Tohoku Univ.<sup>1</sup>, Kyushu Univ.<sup>2</sup>, Univ. Tokyo<sup>3</sup>, JFCC<sup>4</sup> °Susumu Shiraki<sup>1</sup>, Yoshitaka Takagi<sup>1</sup>,

Masakazu Haruta<sup>1</sup>, Ryota Shimizu<sup>1</sup>, Tohru Suzuki<sup>1</sup>, Yukio Sato<sup>1</sup>, Yuichi Ikuhara<sup>1</sup>, Taro Hitosugi<sup>1</sup>

E-mail: shiraki@wpi-aimr.tohoku.ac.jp

[はじめに]エピタキシャル薄膜を作製する際の基板の選択は重要であり、基板の種類、面方位、表面平坦性により、結晶構造、結晶性、配向等が異なるエピタキシャル薄膜を得ることできる。我々はリチウムイオン二次電池の活物質、電解質のエピタキシャル薄膜を作製し、薄膜の結晶性、配向性、さらには粒界や界面の構造と電子・イオンの伝導特性、電気化学特性との関連性に着目し研究を行っている。本研究では、Pt(110)表面上にパルスレーザー堆積法 (PLD) を用いて  $\text{LiCoO}_2$  (以下、LCO) 薄膜を作製し、基板表面の微細構造が薄膜成長に与える影響について調べた。

[実験]基板は Pt(110)単結晶表面を、(1) 真空中でスパッタ・アニール、(2) 王水によりエッチング、の 2 通りの処理を施し用いた。PLD を用いて LCO 薄膜を作製した後、成膜した LCO 薄膜を大気中にて  $700^\circ\text{C}$  でアニールを行った。成膜中の基板温度は室温、酸素分圧は  $1 \times 10^{-6}$  Torr であった。構造評価は、X 線回折 (XRD)、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて行った。

[結果]Pt(110)表面では、真空中でスパッタ&アニール処理を行うことにより missing row 構造と呼ばれる  $(2 \times 1)$ 再構成表面が形成される。そのような Pt(110)- $2 \times 1$  基板上に作製した LCO 薄膜の XRD の out-of-plane の結果を Fig.1 に示す。基板の Pt(110)ピークに加えて LCO(104)ピークが確認でき、c 軸が傾いた LCO エピタキシャル薄膜が形成されることが分かった。また、王水エッチング処理を施した基板では、LCO(110)ピークを観測することができ、2 つの異なる表面処理方法により、配向の異なる LCO エピタキシャル薄膜が得られることが分かった。また、これら配向の異なる 2 つのエピタキシャル薄膜についてサイクリックボルタンメトリー測定により電気化学評価を行った。(104)配向膜では、4.0 V、4.1 V、4.2 V において LCO へのリチウムイオンの脱離を示すピークが観測された。一方、(110)配向膜では、上記に加えて、より低電圧側の 3.9 V にも反応ピークが観測された。LCO では、Li イオンの挿入脱離に伴って LCO の収縮膨張が起こることが知られており、上記の結果は、結晶にかかるストレスが電池の反応電位に影響を与えることを示唆している。

[謝辞] 本研究はトヨタ自動車の支援、科研費により行われた。

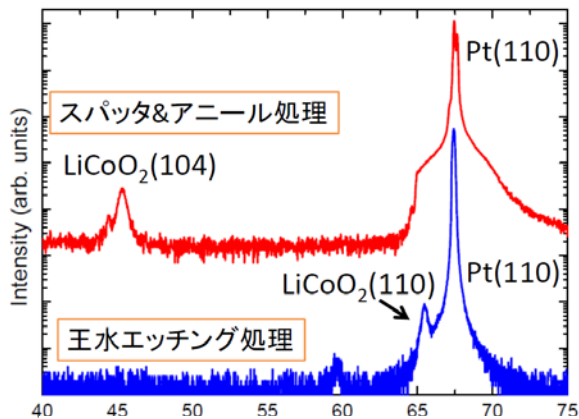


Fig.1 Out-of-plane XRD patterns of  $\text{LiCoO}_2$  thin films on the Pt(110) substrates