

# 透明全固体電池を目指した $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ 薄膜電極の作製

## Preparation of $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ films for transparent solid-state batteries

近大産業理工 口町 光希, 河口 稜太, <sup>○</sup>春田 正和

Kindai Univ. Kouki Kuchimachi, Ryota Kawaguchi, <sup>○</sup>Masakazu Haruta

E-mail: haruta@fuk.kindai.ac.jp

【はじめに】高い安全性を有する全固体電池は、チップ型の小型電池から車載用などの大型電池までの幅広い分野での応用が期待されている。また、可視光透過性などの付加的な機能を与えることで、従来の電池とは異なった使い方の新しいデバイスとしての応用展開が期待される。本研究では透明な薄膜型全固体電池を目指して、透明電極活物質として  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ ,  $\text{LFPO}^{[1,2]}$  を合成し薄膜化に取り組んだ。

【実験】固相法により  $\text{LFPO}$  粉末を合成した。出発原料として  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  をモル比 3:2:6 で混合し、大気下で焼成した。得られた粉末をボールミル粉碎後、導電助剤（アセチレンブラック）および結着剤（ポリテトラフルオロエチレン、PTFE）と混合して電気化学特性評価用の合材電極を作製した。合材電極を作用極、 $\text{Li}$  金属を対極として CR2032 コイン型セルを構成した。電解液には一般的なリチウムイオン電池に用いられる 1 M  $\text{LiPF}_6/\text{EC}+\text{DMC}$  を用いた。

また、合成した  $\text{LFPO}$  粉末をターゲットとして用いて、RF スパッタ法により  $\text{LFPO}$  薄膜を作製した。基板にはサファイア( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )単結晶、およびフッ素ドープ酸化スズ(FTO)を用いた。スパッタ条件 ( $\text{Ar}/\text{O}_2$  ガス流量、圧力など) や成膜後のアニール条件の最適化を行った。

【結果および考察】830~920°C での焼成において  $\text{LFPO}$  の単相合成に成功した。Fig. 1(a)に 870°C で焼成した  $\text{LFPO}$  粉末の XRD パターンを示す。この粉末を用いて合材電極を作製し、充放電試験を行った結果を Fig. 2 に示す。2.9V 付近に反応電位を持つ充放電曲線を示し、約 100 mAh/g の充放電容量が得られた。理論容量の 128 mAh/g よりやや低いものの、これは  $\text{LPFO}$  粉末の微粒子化によりさらに容量を引き出せると考えられる。

$\text{Al}_2\text{O}_3$  基板上にスパッタ成膜した  $\text{LFPO}$  薄膜を成膜後に 650°C でアニール処理を行った。Fig. 1(b)に XRD 測定結果を示すように、21°、42°付近に  $\text{LFPO}$  に帰属される回折ピークが現れた。なお、アニール後の薄膜は無色透明であった。当日は  $\text{LFPO}$  薄膜について、スパッタ条件および基板の影響、充放電結果を報告する予定である。

謝辞 本研究の一部は科学研究補助金 (22H01967)、岩谷直治記念財団および近畿大学学内助成金の助成を受けて実施された。

参考文献 [1] M. Morcrette *et al.*, Solid State Ionics, **4** (2002) 239.; [2] H. Nagai *et al.*, Funct. Mater. Lett., **6** (2013) 1341001.

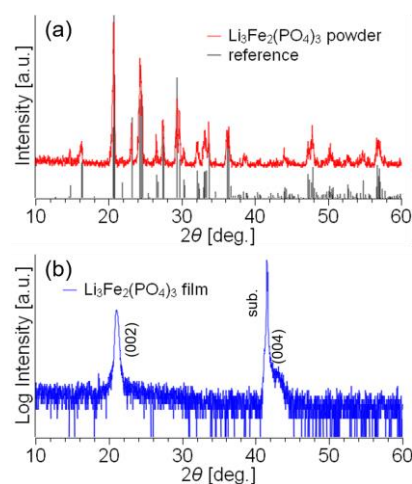


Fig. 1 XRD patterns of (a)  $\text{LFPO}$  powder synthesized at 870°C and (b)  $\text{LFPO}$  film deposited on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrate.

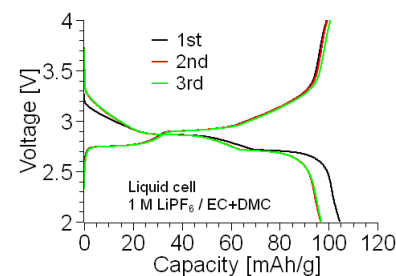


Fig. 2 Charge and discharge characteristics of  $\text{LFPO}$  composite electrode in liquid electrolyte.