

LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄ エピタキシャル薄膜の低温合成

○副田海周^{1*}, 尾張 眞則², 白木 将^{1,2}

¹ 日本工業大学 大学院工学研究科 環境共生システム学専攻, ² 日本工業大学 基幹工学部 応用化学科

Low-temperature synthesis of epitaxial LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄ thin films

○Kaishu Soeda^{1*}, Masanori Owari², and Susumu Shiraki^{1,2}

¹Environmental Symbiotic System Major, Nippon Institute of Technology,

²Department of Applied Chemistry, Nippon Institute of Technology

1. はじめに

リチウムイオン二次電池は、過去 20 年にわたって、携帯電話、ノートパソコンなどの携帯用電子機器に広く使用されてきた。最近では、電気自動車、定置型エネルギー貯蔵などの大規模用途でも有望な技術と見なされている。これらの要件を満たすため大容量、高電圧、および低コストの正極材料の開発が急務となっている。スピネル構造を持つ LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄ (以下、LNMO)^{1,2} は、3 次元的なリチウムイオン拡散経路を有し、5V 級の高電位を発生する正極材料である。現在普及している Li イオン電池は、正極に充放電電圧が 4V 程度の LiCoO₂ を使用しているため、その充放電電圧を現在の LiCoO₂ の 4V から LNMO の 5V にすることが出来れば、エネルギー密度の向上にもつながる。一般に、LNMO のような遷移金属酸化物の合成では、1000 度前後での焼結プロセスが必要であり、新規電池材料の実用化には焼結温度の低温化による低コスト化も重要なポイントである。本研究では、LNMO のエピタキシャル薄膜の低温合成を目指し実験を行なった。

2. 実験方法

キャノンアネルバ製 EB1000 を用いて、RF スパッタリング法により LNMO の薄膜作製を行った。基板には、SrTiO₃ (111) 単結晶基板 (STO) を用いた。成膜時の全圧は 3.0 Pa、Ar ガス導入流量は 3.0 mL/min、O₂ ガス導入流量は 5.0 mL/min、RF 出力は 50 W、ターゲットと基板間の距離は 50 mm、基板温度は室温 (21℃)、成膜時間は 30 分であった。作製した薄膜は、ホットプレートを用いて大気中 100℃、200℃、300℃、400℃、500℃のいずれかで 15 時間の加熱処理を行い、X 線回折 (XRD) 測定を行った。測定には、リガク製 Ultima IV ならびに Smart Lab を用いた。

3. 結果

Fig. 1 に XRD 測定の結果を示す。室温での成膜直後及び、100℃加熱後の試料では基板由来のピークのみが見られ LNMO の回折ピークは見られなかった。加熱温度 200℃以上では LNMO440 の回折ピークが明瞭に観察され、薄膜がエピタキシャル成長したことがわかる。結晶配向関係は LNMO (110) [1-10]//STO (111) [1-10] であった。さらに、加熱温度が高くなるに従い、ピークが鋭くなっていることから、結晶性が高くなっていることもわかる。以上のことから STO 上に室温で成膜した LNMO 薄膜が比較的低温の加熱により (110) 配向でエピタキシャル成長することが分かった。また、500℃加熱後の試料からは LNMO111 回折ピークが見られ、より高温の加熱では、(110) 配向と結晶配向の異なる (111) 配向した成分も混在してエピタキシャル成長することが分かった。

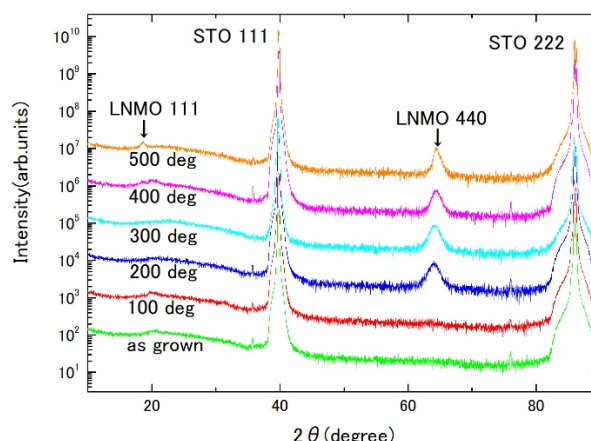


Fig. 1. 加熱温度による回折パターンの変化

文 献

- 1) H. Kawasoko *et al.*, ACS Applied Materials and Interfaces 13 (2021) 5861.
- 2) H. Kawasoko *et al.*, ACS Applied Energy Materials 3 (2020) 1358.

*E-mail: 2216002@stu.nit.ac.jp