

# Li イオン二次電池正極材料の合成と特性評価支援

○志田賢二<sup>1</sup>, 藤田由季子<sup>2,3</sup>, 杉村誠司<sup>3</sup>, 福井武久<sup>3</sup>, 松田元秀<sup>2</sup>

熊本大学<sup>1</sup>, 熊本大学大学院<sup>2</sup>, 株式会社 栗本鐵工所<sup>3</sup>

## 1. 緒言

1990年代に商品化されたリチウムイオン二次電池は、小型軽量、高エネルギー密度であることから携帯通信端末、ノート型PC、音楽プレーヤーといった民生品から電気自動車や航空・宇宙開発といった大型特殊用途まで広く実用化されている[1, 2]。リチウムイオン二次電池の動作原理を図1に示す。リチウムイオン二次電池は正極材、負極、セパレーター、有機系電解液といった数多くの部材から構成されている。

リチウムイオン電池の正極材には主としてコバルト酸リチウム ( $\text{LiCoO}_2$ ) が使用されているが、安全性やコストの面で問題がある。

近年では更なる高容量化、安全性の向上、低コスト化を目指した次世代リチウムイオン二次電池材料の研究開発が盛んに行われている。当研究グループでは新規正極材としてケイ酸鉄リチウム ( $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ : LFS) に着目し、その新規合成法の開発とその電池特性の評価について調べて

いる[3, 4]。LFSはLiイオン伝導性と電子伝導性が低いことから実用化へ向けてさらなる改善が必要となっている。本発表ではナノサイズLFSの単相合成、炭素との複合化およびその電池特性の評価において技術職員がおこなった技術支援について報告する。

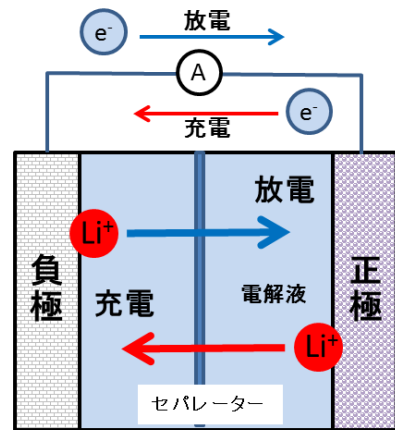


図1 リチウムイオン二次電池の構成

## 2. 研究支援体制

本研究開発は大学と民間企業の共同研究である。実験は主として卒論、修論研究テーマとして学生がおこなっている。

研究は以下の4ステップ (1) 材料の設計、(2) 材料合成、(3) 材料特性の評価、(4) 電池特性の評価から成る。

研究における技術職員の役割といえば、かつては、装置の製作 (機械加工、ガラス細工)、分析 (電子顕微鏡、熱分析、元素分析) といったある一部分のみを担当する事が多かったようである。熊本大学工学部技術は装置開発、機器分析、構造解析、先端加工、計測制御、情報システムの6専門技術WGにて構成されているが、各WG間、学部学科の境界を越えて、教官の要望と技術職員のスキルに応じて研究を一貫して支援する事が可能である。様々な場面で支援できる高度技術の研鑽が求められる一方で、それらを習得するための各種の研修制度も充実している。後述するが本研究の電池特性の評価技術については学内の「工学部短期集中研修」制度を利用し他機関にて修得した技術である。研究の推進には技術職員間での連携も重要であり、本研究では機器分析-装置開発-先端加工の各WGが直接的・間接的に研究支援を実施している。

### (1) 材料合成

ナノサイズLFS/炭素複合材料の合成は噴霧凍結乾燥法により作製した前駆体粉末の固相反応法によりおこなった。熱処理時の雰囲気はLFS/C複合材料の生成に大きく影響することが明らかとなった。そのため、精密に熱処理雰囲気を制御するためのガス配管、炉心管用に気密性の高いフランジを設計した。フランジの設計・製作は装置開発室の職員へ協力を得た (図2)。

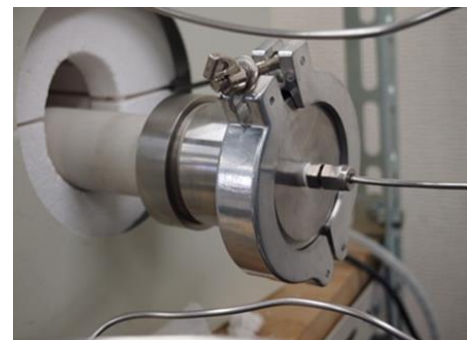


図2 高気密性フランジ

## (2) 材料特性の評価

合成した材料についてはX線回折 (XRD)、走査型電子顕微鏡 (SEM)、透過型電子顕微鏡 (TEM)、示差走査型熱重量測定 (TG-DTA) により生成相の同定、微細構造観察を行った。材料の組成については走査型蛍光 X 線分析 (XRF) により調べた。このような機器分析から得られる合成した材料の特性は電池特性に密接に関連していることから、迅速かつ正確な分析が求められる。教育支援の観点からは学生単独で分析から解析まで実施できるよう配慮をしているが、測定、データの解析・解釈については装置担当の技術職員がその都度、ディスカッションを行っている。

## (3) 電池特性の評価

電池特性の評価は、企業において電池作製、充放電試験を実施していた。当然の事ながら、電池開発において材料合成と特性評価は一体を成すものであり、大学側としても電池特性の評価について熟知する必要がある。そこで学部内の「短期集中研修」制度を利用した。本制度は工学部技術部独自の研修制度で国内外の大学、研究機関、メーカー等での技術研修を申請することができる。筆者は平成 26 年度、(独) 産業技術総合研究所 (関西センター) での「リチウム二次電池の作成基本技術 (電極・電解液) の習得と性能評価技術の習得」を申請し採択された。

本学で合成した LFS/C 複合粉末を持参し、図 3 のように正極の作製～コインセルの組立てを行った。作製したコインセルの充放電試験方法およびデータ解析について技術を修得した。またこの際、企業側の研究者も参加しディスカッションを行った。本学においても電池特性評価技術を有することで開発の効率化、合成へのフィードバックが期待される。

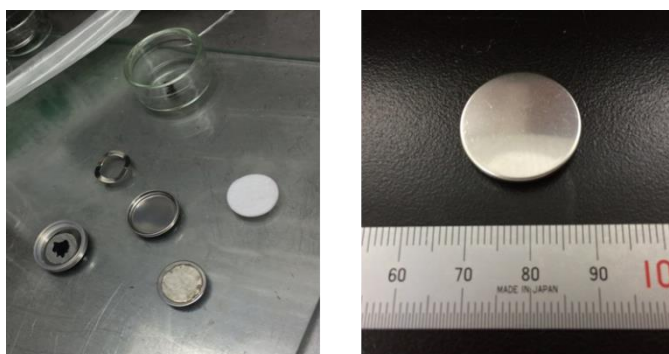


図3 CR2032 型コインセルの作製

## まとめ

技術職員が産学連携で実施されている二次電池材料開発において実施している技術支援の一端を紹介した。開発グループの一員として研究に参加することで研究の推進に役立つ場面が多々あることを実感した。近年の材料開発においては様々な手法や評価技術が多く用いられている。技術職員にとっても企業の研究者とのディスカッション、学外機関での技術研修、知的財産の申請、学会発表などたくさんの刺激を受けた。今後は科学研究補助金の申請、各種研修制度などを有効に活用し新しい技術や資格を修得することがますます必要になってくると思われる。

(本発表は平成 27 年度 山形大学 機器・分析技術発表会にて発表予定 (豪雨のため発表取下げ) であったものに加筆・改題したものである)

## 参考文献

- [1] 工藤徹一、日比野光宏、本間格著「リチウムイオン電池の科学」内田老鶴圃 (2010)
- [2] 吉尾真幸、小沢昭弥編「リチウムイオン二次電池 第二版」(2010)
- [3] 岩瀬寛明他、日本セラミックス協会第 27 回秋季シンポジウム講演予稿集 (2014)
- [4] 藤田由季子他、第 56 回電池討論会要旨集 (2015)

(平成 27 年度 九州地区総合技術研究会 in 九州工業大学にて発表)