

硫化物系固体電解質の簡易的作製手法の確立

Establishment of a simple process for sulfide solid electrolyte material

東北工大 工学部 ○(B)目黒 美実也, 下位 法弘

Department of Elect., Tohoku Inst. °Fumiya Meguro, Norihiro Shimoi

E-mail: n-shimoi@tohotech.ac.jp

1. 緒言

昨今、急速に普及しているリチウムイオン電池は小型のみならず電気自動車(EV)等の大型な蓄電池などにも用途が拡大しており、さらなる高性能な電池いわゆる大容量・長寿命・高密度などが求められるようになった。こうした背景から電解質を液体から固体にかえた全固体電池が注目されており、研究が盛んに行われている。なかでも EV 等ではイオン伝導率が液系よりも上回る硫化物系固体電解質を中心に研究が行われている。しかし水分に弱く硫化水素を発生しやすいという点から露点管理ができるドライルームでの作製が不可欠であった。そこでドライルームなしでも硫化物系固体電解質を作製する手法を確立する。

2. 実験方法

$\text{Li}_{10}\text{GeP}_2\text{S}_{12}$ を作製するため、 Li_2S , P_2S_5 , GeP_2 を不活性ガス雰囲気制御したグローブボックス内で秤量した。乳鉢にて予備混合、続けて遊星ボールミル(P-7 classic line)で機械混合を行った(Fig. 1(a))。混合後は Raman 等で試料の評価解析を行い、その後焼成を実施。試料は金型に投入し一軸プレス機にて予備プレスを行った後、大型プレス機を用いて成形した(Fig. 1(b))。これらの手法で硫化物系固体電解質を作製した。その後はフラットセルにて全固体電池の試作を試みる。

3. 結果と考察

Raman 分光法では P_2S_5 が全ての Li_2S と反応し PS_3^{4-} に変化していることが確認できた (420cm^{-1} 付近、Fig.2)。更に XRD や電子回折像(TEM)からも LGPS の結晶と思われる合成物が一部確認でき、メカノケミカルプロセスで混合した試料を加圧プレスおよび高温焼成することで電解質の加工成形に成功している。以上より、ドライルームを導入せずに不活性ガス雰囲気制御されたグローブボックスのみを使用した環境、かつ簡易的な製法により硫化物系固体電解質を作製することが可能であると確認できた。

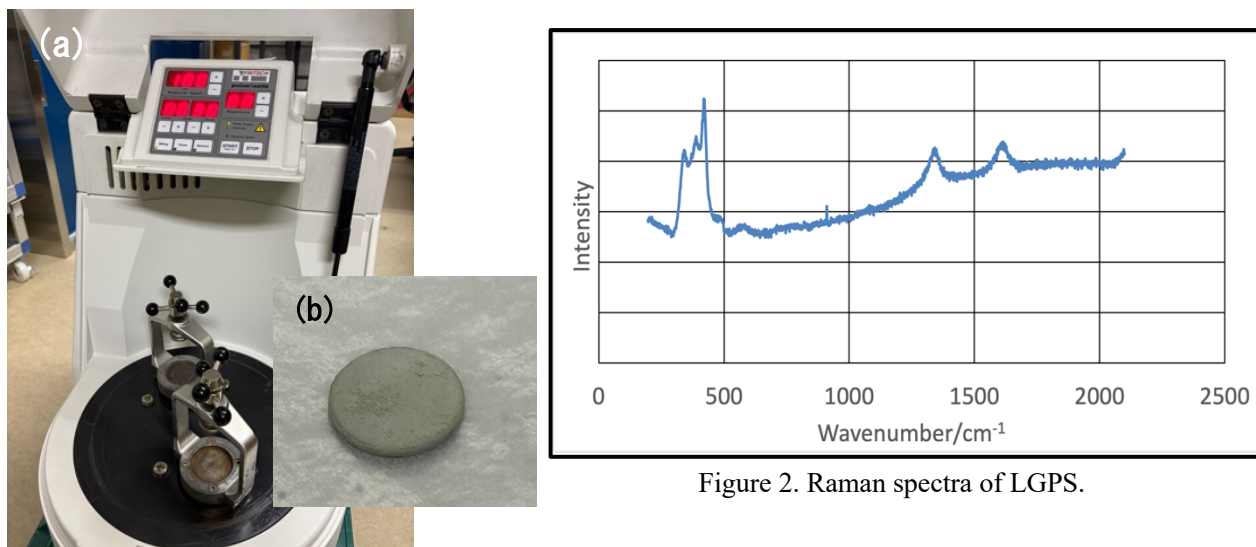


Figure 2. Raman spectra of LGPS.

Figure 1. (a) Planetary ball mill machine.

(b) Overview of an annealed and pressed LGPS sample.