

平成 30 年 6 月 18 日現在

機関番号：24403

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26248059

研究課題名(和文) 高容量アモルファス硫化物電極活物質の創製と全固体電池への応用

研究課題名(英文) Preparation of amorphous sulfide active materials with high capacity and their application to all-solid-state batteries

研究代表者

辰巳砂 昌弘 (Tatsumisago, Masahiro)

大阪府立大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：50137238

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 32,100,000円

研究成果の概要(和文)：高硫黄含の遷移金属硫化物をアモルファス化することによって、高容量と長期サイクル寿命を有する新規な電極活物質の開発に取り組んだ。TiS₃をアモルファス化することによって、全固体電池の充放電サイクル特性が向上することがわかった。この活物質の構造解析の結果、充放電の際に硫化物アニオンがレドックスしており、可逆的な構造変化の生じることがわかった。またメカノケミカル法を用いてMo, Fe, Vを含有するアモルファス硫化物活物質を作製し、これらが高容量と優れたサイクル特性を示すことを見出した。

研究成果の概要(英文)：We focused on amorphization of sulfur-rich transition-metal sulfides for achieving high capacity and long cycle life. Amorphous TiS₃ showed better charge-discharge performance than crystalline TiS₃ in all-solid-state cells. Structural analyses for amorphous TiS₃ revealed that the reaction mechanism during charge-discharge process was based on sulfide-anion redox with reversible structural changes. Amorphous sulfides including Mo, Fe, or V element were mechanochemically prepared and they exhibited high capacity and good cyclability.

研究分野：無機材料化学

キーワード：電極活物質 全固体電池 アモルファス 硫化物

1. 研究開始当初の背景

高い安全性と大きなエネルギー密度を兼ね備えた蓄電池の開発に向けて、従来の有機電解液を無機固体電解質に置き換える「電池の全固体化」が期待されている。その実現のためには、特に全固体蓄電池に適した高容量電極活物質の開発が重要である。現状のリチウムイオン電池には主に結晶性の電極活物質が用いられており、電極活物質の研究も結晶材料を中心に進められてきた。

一方、アモルファス活物質材料は等方的なイオン伝導経路を有しており、自由体積を利用した高容量化と優れたサイクル寿命が期待されるが、結晶材料と比較して報告例が少ないのが現状である。

遷移金属硫化物は一般的に電子伝導性が高く、例えば層状構造を有する TiS_2 結晶は古くから正極活物質として検討が行われてきた。活物質中の硫黄含量を高めつつ、アモルファス化することによって高容量が期待できるが、アモルファス遷移金属硫化物活物質については、研究開始の時点では、ほとんど検討されていなかった。

2. 研究の目的

本研究では、高硫黄含有の遷移金属硫化物をアモルファス化することによって、高容量と長期サイクル寿命を有する新規な電極活物質の開発を目的とした。作製したアモルファス正極活物質を用いた全固体電池を構築して、その電気化学特性を評価した。また、充放電後の活物質に対して、様々な分光法や電子顕微鏡観察を行い、活物質の充放電反応機構について詳細に調べた。

3. 研究の方法

典型的な遷移金属硫化物活物質である TiS_2 と硫黄の等モル混合物を反応させることによって TiS_3 を合成した。合成手法としては、室温プロセスで、かつ電池へ直接応用可能な微粉末状のアモルファス試料を得ることが可能なメカノケミカル法を採用した。ジルコニア製のポットとボールを用い、遊星型ボールミル装置を使用してメカノケミカル処理を行った。また、固相反応により結晶性 TiS_3 を合成し、アモルファス化に伴う電極特性を比較した。

また、Ti に代えて Mo, Fe, V のいずれかを含む遷移金属硫化物を作製した。充電方向（リチウムの引き抜き方向）から使用できる正極活物質の作製を目的として、リチウムを含有する遷移金属硫化物の作製も行った。

得られた活物質を含む正極と、 $Li_2S-P_2S_5$ 系固体電解質(SE)、Li-In 負極の3層から構成される全固体リチウム電池を作製し、室温下、 0.064 mA cm^{-2} で定電流充放電測定を行った。充放電前後の電極に対して、X線回折(XRD)、ラマン分光、透過型電子顕微鏡(TEM)、走査型電子顕微鏡(SEM)、X線光電子分光(XPS)等の様々な手法を用いて構造解析を行った。

4. 研究成果

メカノケミカル法を用いて作製した TiS_3 は XRD 測定においてハローパターンを示した。高分解能 TEM 像においても、結晶の存在が確認できなかったことから、アモルファス化していることがわかった。また熱分析を行ったところ、 S_8 結晶由来の融解に伴う吸熱ピークが観測されなかったこと、SEM-EDX 測定において、Ti と S のマッピングが重なっていたことから、S は TiS_2 と反応して、アモルファス TiS_3 が得られたものと判断した。

図1には、アモルファス TiS_3 (a- TiS_3) および結晶性 TiS_3 (c- TiS_3) を正極活物質に用いた全固体電池の充放電サイクル特性を示す。ここでは、活物質へイオンと電子の伝導経路を担保するために、SE と電子伝導体であるアセチレンブラック(AB)を添加した正極複合体を用いた。c- TiS_3 を用いた電池において、1 サイクル目の放電時に TiS_3 結晶の理論容量である 556 mAh g^{-1} に近い容量が得られたが、初期充電時に容量が減少し、その後は約 400 mAh g^{-1} の容量を維持した。一方、a- TiS_3 を電極活物質として用いた全固体電池は約 550 mAh g^{-1} の容量を 10 サイクルの間保持した。よって、

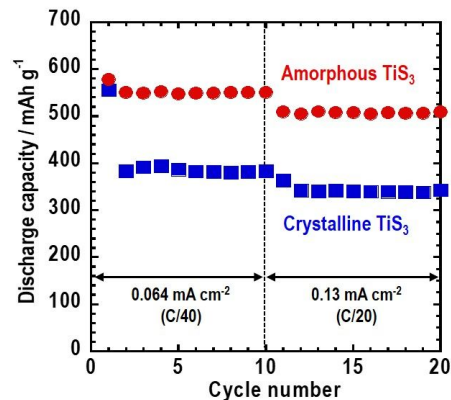


図1 全固体 Li-In/ TiS_3 セルのサイクル特性

どちらの TiS_3 も TiS_2 に比べて大きな容量を示すことから、活物質中の硫黄含量の増加は高容量化を図る上で効果的であることがわかった。

充放電後の正極について、XRD や TEM を用いて構造解析を行ったところ、c- TiS_3 は充放電後に結晶性の低下が見られたのに対し、a- TiS_3 は充放電後において大きな構造変化が観察されず、アモルファス構造を保持していた。また、c- TiS_3 では初期においてのみ、容量が低下しているが、これは結晶構造の劣化に伴う体積変化によって、活物質 - 電解質間の界面接合の不具合が生じたためと推察される。以上の結果から、同じ化学組成をもつ TiS_3 において、アモルファス構造の方が優れたサイクル可逆性を示すことがわかった。

a- TiS_3 の電極反応機構を明らかにするために、充放電前後における硫黄の電子状態を調べた。正極に SE を添加した複合体を用いると、正極中の TiS_3 と SE 由来の硫黄種を区別することが困難になるため、SE や AB などの導電剤を添加せず、活物質である a- TiS_3 のみ

を正極層に用いて全固体電池を作製した。この全固体電池が室温で二次電池として作動することから、 $a\text{-TiS}_3$ は電子伝導性とイオン伝導性を併せ持つ混合伝導体として機能していることが考えられる。また全固体電池は室温における一軸プレスのみで作製している。SE として用いている $\text{Li}_2\text{S-P}_2\text{S}_5$ 系電解質は室温プレスによって緻密化する、常温加圧焼結が生じることがわかっている。 $a\text{-TiS}_3$ も同様に室温プレスのみで緻密化し、活物質同士および SE との粒界抵抗の寄与が小さいために、室温で充放電が可能であったと考えられる。

充放電前後における $a\text{-TiS}_3$ の S2p XPS スペクトルを図 2 に示す。S2p スペクトルでは、一つの硫黄種に対して $2p_{3/2}$ と $2p_{1/2}$ のダブルレットピークが観測される。充放電前の S2p スペクトルから、 TiS_3 中には Ti^{4+} と相互作用している $(\text{S-S})^{2-}$ (図中では S_2^{2-} と表記した) と S^{2-} がほぼ 1:1 の比で存在していることがわかった。初期放電後 (リチウム挿入後) においては、 Li^+ イオンと相互作用している S_2^{2-} と S^{2-} に対応する低エネルギー側のピークが観測され、初期充電後 (リチウム脱離後) ではピークが充放電前の位置に戻ることを確認している。また 10 サイクルの充放電後においても、充放電前とほぼ同様の形状を有するスペクトルが観測されており、可逆な硫黄の電子状態変化を生じることがわかった。一方、 $c\text{-TiS}_3$ では、サイクル後のスペクトルが充放電前と若干形状が変化しており、充放電の可逆性の低下と対応する結果が得られた。また充放電前後において、Ti の K-edge スペクトルに大きなシフトは見られておらず、充放電反応が主に硫化物アニオンのレドックスによって生じていることが明らかになった。

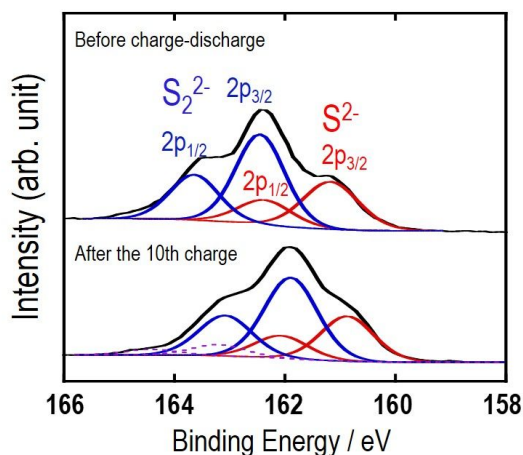


図 2 $a\text{-TiS}_3$ の S2pXPS スペクトル

次にメカノケミカル法により作製した $a\text{-MoS}_3$ を電極活物質に用いた全固体電池の初期充放電曲線を図 3 に示す。初期放電容量が約 760 mAh g^{-1} であり、典型的な活物質である MoS_2 よりも高容量を示した。また、より大きな電流密度である 1.3 mA cm^{-2} で作動さ

せた場合においても約 400 mAh g^{-1} の容量を 10 サイクルの間保持することがわかった。また、 $a\text{-MoS}_3$ に対して S2p XPS 測定を行った結果、初期放電時に硫黄の電子状態変化が生じ、その後の充放電においては初期放電後の硫黄に類似した電子状態を保持することがわかった。以上の結果から、遷移金属硫化物中の硫黄の電子状態変化の可逆性と全固体電池のサイクル特性に相関のあることがわかった。

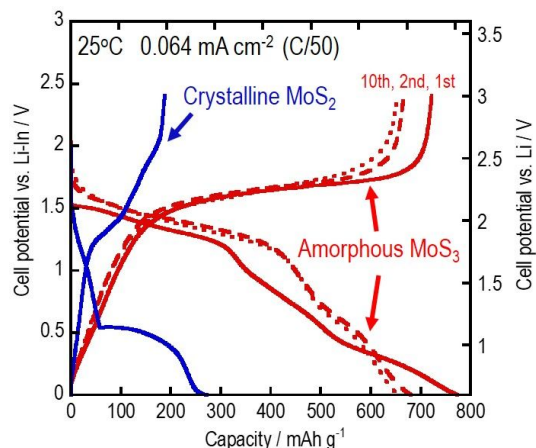


図 3 全固体 Li-In/ MoS_3 セルの充放電曲線

次に、Fe を含む硫化物正極複合体について着目した。金属硫化物源として Fe と S、リチウムイオン伝導体として Li_3PS_4 ガラス電解質 (SE)、電子伝導体として気相成長炭素繊維 (VGCF) を用い、これらの混合物に対してメカノケミカル処理を行い、Fe-S-SE-VGCF 正極複合体を作製した。Fe に対して S 含量を増加させた様々な組成で複合体を作製したところ、Fe : S のモル比が 1:4 の組成までは X 線回折においてハローパターンを示した。この組成よりも S 含量が増加した組成では、Fe 由来の回折線が観測され、未反応の Fe が一部残存していることがわかった。Raman スペクトルにおいては、Fe/S=1/3 組成では FeS_2 に類似のバンドが観測され、 FeS_2 に類似した局所構造を有するアモルファス遷移金属 FeS_x が得られたと考えられる。得られた複合体を正極に用いた全固体電池 ($\text{Li-In} / \text{Li}_3\text{PS}_4 / \text{FeS}_x\text{-SE-VGCF}$) を作製し、室温下、電流密度 0.13 mA cm^{-2} において定電流充放電測定を行った。Fe/S=1/3 組成で最も大きな可逆容量が得られており、正極複合体重量あたり約 400 mAh g^{-1} の値を示した。

また作動温度を 100°C にすると、セル抵抗の減少に伴って過電圧が抑制され、可逆容量は 560 mAh g^{-1} まで増大した。このセルを室温下で 200 回充放電を繰り返した際の容量維持率は 88% であり、比較的優れたサイクル可逆性を示すことがわかった (図 4)。サイクル測定後においても、電極複合体はアモルファス状態を保持しており、これが優れたサイクル特性に寄与していると考えられる。

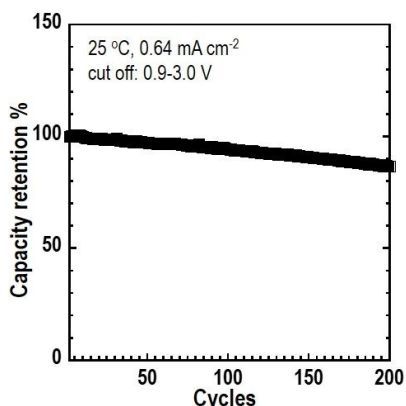


図4 全固体 Li-In/FeS_x セルのサイクル特性

また正極活物質へあらかじめリチウムをドープしておくことによって、リチウムを含有しない負極との組み合わせが可能となることから、リチウム含有アモルファス硫化物活物質の検討も行った。先に合成した FeS_x-SE-VGCF 系へ Li₂S を添加して得られたアモルファス正極複合体(Li₂S/FeS_x のモル比を 1 とした)を作製した。これを用いた全固体セルは充電方向から作動し、添加した Li₂S 量に対応する充電容量が得られた。その後は Li₂S を添加していない正極を用いたセルと比べて可逆容量が増大し、正極重量あたり 660 mAh g⁻¹ の容量を示した。Li₂S の添加量を増大させたアモルファス正極複合体が作製できれば、より一層の容量増加が期待される。

リチウムを含有するアモルファス遷移金属硫化物として、Li₃VS₄ を作製した。メカノケミカル法により得られたアモルファス Li₃VS₄ の粉末成形体の電子およびイオン伝導度を調べた結果、それぞれ 6×10⁻¹ S cm⁻¹、5×10⁻⁵ S cm⁻¹ となり、混合伝導体であることがわかった。正極層に作製した Li₃VS₄ のみを用いた全固体セル (Li-In / Li₃PS₄ SE / Li₃VS₄) を作製した。25°C、0.13 mA cm⁻² の電流密度、0-3 V の電圧範囲で充電方向から作動させた場合、正極重量あたり約 70 mAh g⁻¹ の初期充電容量 (約 0.5 mol の Li⁺ 脱離に相当) が得られた。その後の初期放電時には、充電容量を大きく上回る約 400 mAh g⁻¹ の放電容量 (約 3 mol の Li⁺ 挿入に相当) を示したが、充放電に伴って容量が減少する傾向が見られた。そこで、初期充電容量で容量を規制して作動させたところ、初期容量を 10 サイクルの間保持することがわかった。さらに、Li₃VS₄ 活物質へのイオン伝導経路の形成を目的として、Li₃PS₄ 電解質を添加した正極複合体を作製した。それを正極層に用いたセルは、初期充電時に活物質重量あたり約 280 mAh g⁻¹ の可逆容量を示し、活物質の利用率が増加した。Li₃VS₄ の一部の元素置換によって活物質の導電率を増加できれば、活物質のみからなる正極層で、より一層高容量の充放電が可能となり、電池の高エネルギー密度化が期待できる。

硫化物活物質のアモルファス化に伴う電

気化学特性の向上の結果を受けて、酸化物活物質へも研究を展開した。アモルファス化と成形性の付与を期待して、酸化物活物質へ Li₂SO₄ を添加した組成を検討した。層状構造を有する酸化物正極活物質である LiCoO₂ と Li₂SO₄ からなる二成分系アモルファス活物質をメカノケミカル法により作製した。得られた 80LiCoO₂·20Li₂SO₄ (mol%) 材料は、LiCoO₂-Li₂SO₄ 系アモルファスマトリックス中に 10 nm 程度の cubic-LiCoO₂ が分散したコンポジットであることがわかった。

作製した材料を正極層、33Li₃BO₃·33Li₂SO₄·33Li₂CO₃ (mol%) ガラスを電解質層、Li-In 合金負極層として、一軸プレスにより成形して全固体電池を構築した。図 5 に、xLiCoO₂·(100-x)Li₂SO₄ 正極活物質を用いた全固体電池の 100°C での初期充放電曲線を示す。作製したアモルファス活物質のみを正極に用いた電池が二次電池として機能することがわかった。x = 80 の組成において、最も大きな放電容量 (163 mAh g⁻¹) を示した。Li₂SO₄ を含まない x = 100 組成においては充放電できなかったことから、Li₂SO₄ とのアモルファス相の形成が充放電容量の発現に寄与していると考えられる。

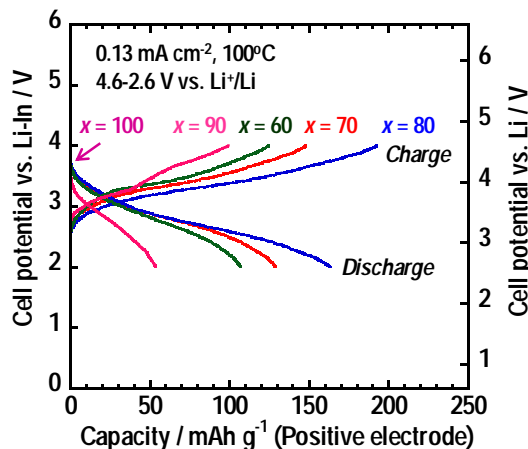


図5 全固体 Li-In / xLiCoO₂·(100-x)Li₂SO₄ セルの充放電曲線

今後は本研究の成果が起点となり、高容量とサイクル特性を両立した、様々な遷移金属を含有するアモルファス電極活物質の開発の進展が期待される。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 20 件)

1. M. Pan, T. Hakari, A. Sakuda, A. Hayashi, Y. Suginaka, S. Mori, M. Tatsumisago, Electrochemical Properties of All-Solid-State Lithium Batteries with Amorphous FeS_x-Based Composite Positive Electrodes Prepared via Mechanochemistry, *Electrochemistry*, 査読有, 2018, in press. DOI:

- 10.5796/electrochemistry.17-00104
2. A. Sakuda, A. Hayashi, M. Tatsumisago, Recent Progress on Interface Formation in All-Solid-State Batteries, *Curr. Opin. Electrochem.*, 査読有, Vol. 6, 2017, pp. 108-114. DOI: 10.1016/j.coelec.2017.10.008.
 3. N. Tanibata, H. Tsukasaki, M. Deguchi, S. Mori, A. Hayashi, M. Tatsumisago, A Novel Discharge-Charge Mechanism of a S-P₂S₅ Composite Electrode without Electrolytes in All-Solid-State Li/S Batteries, *J. Mater. Chem. A*, 査読有, Vol. 5, 2017, pp. 11224-11228. DOI: 10.1039/C7TA01481C.
 4. K. Nagao, A. Hayashi, M. Deguchi, H. Tsukasaki, S. Mori, M. Tatsumisago, Amorphous LiCoO₂-Li₂SO₄ Active Materials: Potential Positive Electrodes for Bulk-Type All-Oxide Solid-State Lithium Batteries with High Energy Density, 査読有, *J. Power Sources*, Vol. 348, 2017, pp. 1-8. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2017.02.038.
 5. 辰巳砂昌弘, 作田敦, 林晃敏, 全固体リチウム二次電池の実現にむけた固体電解質および固体界面形成, *Electrochemistry*, 査読有, Vol. 85, 2017, pp. 586-590. DOI: 10.5796/electrochemistry.85.586.
 6. 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 硫化物電解質を用いた全固体リチウム二次電池の研究開発, 電池技術, 査読無, Vol. 28, 2016, pp. 66-75.
 7. A. Hayashi, A. Sakuda, M. Tatsumisago, Development of Sulfide Solid Electrolytes and Interface Formation Processes for Bulk-Type All-Solid-State Li and Na Batteries, *Frontiers in Energy Research*, 査読有, Vol. 4, 2016, pp. 1-13. DOI: 10.3389/fenrg.2016.00025.
 8. T. Matsuyama, A. Hayashi, C. J. Hart, L. F. Nazar, M. Tatsumisago, Amorphous TiS₃/S/C Composite Positive Electrodes with High Capacity for Rechargeable Lithium Batteries, *J. Electrochem. Soc.*, 査読有, Vol. 163, 2016, pp. A1730-A1735. DOI: 10.1149/2.1061608jes.
 9. T. Matsuyama, M. Deguchi, K. Mitsuhashi, T. Ohta, T. Mori, Y. Orikasa, Y. Uchimoto, Y. Kowada, A. Hayashi, M. Tatsumisago, Structure Analyses Using X-ray Photoelectron Spectroscopy and X-ray Absorption near Edge Structure for Amorphous MS₃ (M: Ti, Mo) Electrodes in All-Solid-State Lithium Batteries, *J. Power Sources*, 査読有, Vol. 313, 2016, pp. 104-111. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2016.02.044.
 10. T. Matsuyama, A. Hayashi, T. Ozaki, S. Mori, M. Tatsumisago, Improved Electrochemical Performance of Amorphous TiS₃ Electrodes Compared to Its Crystal for All-Solid-State Rechargeable Lithium Batteries, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 査読有, Vol. 124, 2016, pp. 242-246. DOI: 10.2109/jcersj2.15299.
 11. T. Matsuyama, R. Takano, K. Tadanaga, A. Hayashi, M. Tatsumisago, Fabrication of All-Solid-State Lithium Secondary Batteries with Amorphous TiS₄ Positive Electrodes and Li₇La₃Zr₂O₁₂ Solid Electrolytes, *Solid State Ionics*, 査読有, Vol. 285, 2016, pp. 122-125. DOI: 10.1016/j.ssi.2015.05.025.
 12. T. Matsuyama, M. Deguchi, A. Hayashi, M. Tatsumisago, T. Ozaki, Y. Togawa, S. Mori, Structure Analyses of Amorphous MoS₃ Active Materials in All-Solid-State Lithium Batteries, *Electrochemistry*, 査読有, Vol. 83 2015, pp. 889-893. DOI: 10.5796/electrochemistry.83.889.
 13. T. Hakari, A. Hayashi, M. Tatsumisago, Highly Utilized Lithium Sulfide Active Material by Enhancing Conductivity in All-Solid-State Batteries, *Chem. Lett.*, 査読有, Vol. 44, 2015, pp. 1664-1666. DOI: 10.1246/cl.150758.
 14. T. Matsuyama, A. Hayashi, T. Ozaki, S. Mori, M. Tatsumisago, Electrochemical Properties of All-Solid-State Lithium Batteries with Amorphous MoS₃ Electrodes Prepared by Mechanical Milling, *J. Mater. Chem. A*, 査読有, Vol. 3, 2015, pp. 14142-14147. DOI: 10.1039/C5TA02263K.
 15. T. Hakari, M. Nagao, A. Hayashi, M. Tatsumisago, All-Solid-State Lithium Batteries with Li₃PS₄ Glass as Active Material, *J. Power Sources*, 査読有, Vol. 293, 2015, pp. 721-725. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2015.05.073.
 16. M. Nagao, A. Hayashi, M. Tatsumisago, T. Ichinose, T. Ozaki, Y. Togawa, S. Mori, Li₂S Nanocomposites Underlying High-Capacity and Cycling Stability in All-Solid-State Lithium-Sulfur Batteries, *J. Power Sources*, 査読有, Vol. 274, 2015, pp. 471-476. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2014.10.043.
 17. M. Tatsumisago, A. Hayashi, Sulfide Glass-Ceramic Electrolytes for All-Solid-State Lithium and Sodium Batteries, *Inter. J. Appl. Glass Sci.*, 査読有, Vol. 5, 2014, pp. 226-235. DOI: 10.1111/ijag.12084.
- 〔学会発表〕(計 56 件)
1. 林晃敏, 作田敦, 辰巳砂昌弘, Development of All-Solid-State Rechargeable Batteries Using Amorphous Materials with Good Ductility, 255th American Chemical Society National Meeting and Exposition, 2018.
 2. 潘孟瀛, 計賢, 中村涉, 作田敦, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 全固体電池用 FeS_x-Li₃PS₄-VGCF 正極複合体の作製と塗膜化, 第 58 回電池討論会, 2017.
 3. 辰巳砂昌弘, 林晃敏, 無機固体電解質を用いた全固体二次電池の構築に向けた材料開発, 日本セラミックス協会第 30 回秋季シンポジウム, 2017.
 4. 潘孟瀛, 計賢, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, Preparation and Evaluation of

FeS_x-Li₃PS₄-VGCF Composite Positive Electrodes and Their Application to All-Solid-State Lithium Batteries, 21st International Conference on Solid State Ionics (SSI-21), 2017.

5. 岸拓馬, 計賢, 作田敦, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, アモルファス Li₃VS₄を正極に用いた全固体リチウム電池の構築と充放電特性評価, 第19回化学電池材料研究会ミーティング, 2017.

6. 林晃敏, 辰巳砂昌弘, Amorphous Sulfide Positive Electrodes with High Capacity in All-Solid-State Lithium Batteries, PACRIM12, 2017.

7. 潘孟瀛, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, Li₂S-FeS_x系正極複合体の作製と全固体リチウム二次電池への応用, 電気化学会第84回大会, 2017.

8. 林晃敏, 岸拓馬, 計賢, 辰巳砂昌弘, メカニカルミリング法を用いたアモルファス Li₃VS₄正極材料の作製と全固体リチウム二次電池への応用, 日本化学会第97春季年会, 2017.

9. 辰巳砂昌弘, 林晃敏, Sulfide-Based Amorphous Materials in All-Solid-State Lithium Batteries, International Battery Association, 2017.

10. 辰巳砂昌弘, アモルファス系材料を用いた全固体リチウム二次電池の開発, 第42回固体イオニクス討論会, 2016.

11. 潘孟瀛, 計賢, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, FeS_x-Li₃PS₄-VGCF 正極複合体の作製と全固体リチウム二次電池への応用, 第57回電池討論会, 2016.

12. 長尾賢治, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, LiCoO₂-Li₂SO₄系正極活物質のメカノケミカル合成とバルク型全固体電池への応用, 第57回電池討論会, 2016.

13. 林晃敏, 松山拓矢, 出口三奈子, 森茂生, 辰巳砂昌弘, Electrochemical Performance and Structural Analyses of Amorphous TiS₃ Positive Electrode in All-Solid-State Batteries, Pacific Rim Meeting on Electrochemical and Solid-State Science (PRiME) 2016.

14. 潘孟瀛, 計賢, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, メカノケミカル法を用いた硫黄含有量の多い FeS_x 正極複合体の作製と全固体リチウム二次電池への応用, 第11回日本セラミックス協会関西支部学術講演会, 2016.

15. 林晃敏, 辰巳砂昌弘, High-Capacity Sulfide Active Materials for All-Solid-State Rechargeable Lithium Batteries, IUMRS-ICEM, 2016.

16. 林晃敏, 潘孟瀛, 計賢, 辰巳砂昌弘, メカニカルミリング法を用いた高硫黄含有 FeS_x 正極複合体の作製と全固体リチウム二次電池への応用, 日本化学会第96春季年会, 2016.

17. 松山拓矢, 出口三奈子, 三原圭, 太田俊明, 森拓弥, 折笠有基, 内本善晴, 小和田善之, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 全固体電池の充放電におけるアモルファス MS₃(M: Ti, Mo)電極

の構造解析, 第56回電池討論会, 2015.

18. T. Matsuyama, M. Deguchi, A. Hayashi, M. Tatsumisago, T. Ozaki, S. Mori, Electrochemical Properties and Structural Evaluation of Amorphous MoS₃ Positive Electrode Active Materials in All-Solid-State Lithium Secondary Batteries, 20th International Conference on Solid State Ionics, 2015.

19. T. Matsuyama, M. Deguchi, A. Hayashi, M. Tatsumisago, T. Ozaki, Y. Ishii, Y. Togawa, S. Mori, Comparison of Electrochemical Performance between Amorphous and Crystalline TiS₃ Positive Electrodes in All-Solid-State Lithium Batteries with Sulfide Solid Electrolytes, DGG-ACerS GOMD Joint Meeting of, 2015.

20. 松山拓矢, 出口三奈子, 林晃敏, 森茂生, 中尾愛子, 小和田善之, 辰巳砂昌弘, X線光電子分光法を用いた全固体リチウム電池における TiS₃ 活物質の構造解析, 電気化学会第82回大会, 2015.

21. 松山拓矢, 出口三奈子, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 尾崎友厚, 戸川欣彦, 森茂生, 全固体電池におけるアモルファス硫化モリブデン電極活物質の充放電前後における構造解析, 第55回電池討論会, 2014.

22. 松山拓矢, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 尾崎友厚, 戸川欣彦, 森茂生, Structural Analyses of Amorphous MoS₃ Electrode after Charge-Discharge Measurements in All-Solid-State Lithium Secondary Batteries, The 17th International Meeting on Lithium Batteries (IMLB2014), 2014.

23. 松山拓矢, 林晃敏, 辰巳砂昌弘, 尾崎友厚, 戸川欣彦, 森茂生, Preparation and Characterization of Amorphous Molybdenum Trisulfide Electrodes All-Solid-State Lithium Secondary Batteries, DGG-ACerS GOMD Joint Meeting of, 2014.

〔その他〕

ホームページ等

<http://www2.chem.osakafu-u.ac.jp/ohka/ohka2/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

辰巳砂昌弘 (TATSUMISAGO Masahiro)
大阪府立大学・工学研究科・教授
研究者番号: 50137238

(2) 研究分担者

林晃敏 (HAYASHI Akitoshi)
大阪府立大学・工学研究科・教授
研究者番号: 10364027

作田敦 (SAKUDA Atsushi)
大阪府立大学・工学研究科・助教
研究者番号: 30635321