実験番号：202006045（2 シフト）

BL5S2

蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定

山本 貴之, Suguma Manoj Krishna
名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：全固体リチウム二次電池，固体電解質

1. 背景と研究目的

高エネルギー密度，高出入力特性，高安全性を兼ね備えた酸化物系全固体リチウム二次電池の実現に向けて，電極と固体電解質の界面で生じる界面抵抗の低減が課題となっている．一般に硬い酸化物材料においては，常温での加圧のみでは材料間の接触が不十分となり界面抵抗が大きくなる．そこで近年，アンチペロブスカイト型構造を有する固体電解質 $Li_{2+x}OH_{1-x}X$ (X = Cl, Br)が 300 °C 以下の低融点を持つ柔らかい固体電解質材料として注目されており，常温下での加圧により低抵抗界面が実現する可能性を秘めている．我々はこれまでに Li_2OHBr やそのハロゲン置換体 $Li_2OHBr_{1-x}Cl_x$，$Li_2OHBr_{1-x}I_x$ について結晶構造やイオン伝導率を報告してきた [1–3]．本研究ではリチウム濃度を変化させた $Li_{2+x}OH_{1-x}Br$ について検討を行った．

2. 実験内容

既報の Li_2OHBr の合成法 [1] を基に，仕込み組成が $Li_{2+x}OH_{1-x}Br$ ($x = -0.5 \sim 0.4$)となるように原料の量を調整して試料を合成し，得られた粉末をソーダガラスキャピラリー（ϕ 0.5 mm）に封入した．粉末 X 線回折（PXRD）測定はあいち SR BL5S2 ビームラインで行い，入射光には波長 1.033 Å のシンクロトロン光，検出器には二次元半導体検出器 PILATUS 100K 4 連装を用い，室温で測定を行った．

3. 結果および考察

合成した $Li_{2+x}OH_{1-x}Br$ の PXRD パターンを Figure 1 に示す．$x = -0.5 \sim 0.4$ の領域において，立方晶のアンチペロブスカイト型の結晶構造由来の回折線が観測された．また，x の値が大きくなるにつれてピーク幅が増大し，結晶性が低下していることが示唆された．今後は各試料のイオン伝導率を測定し，材料中のリチウム濃度とイオン伝導率の相関を調べる予定である．

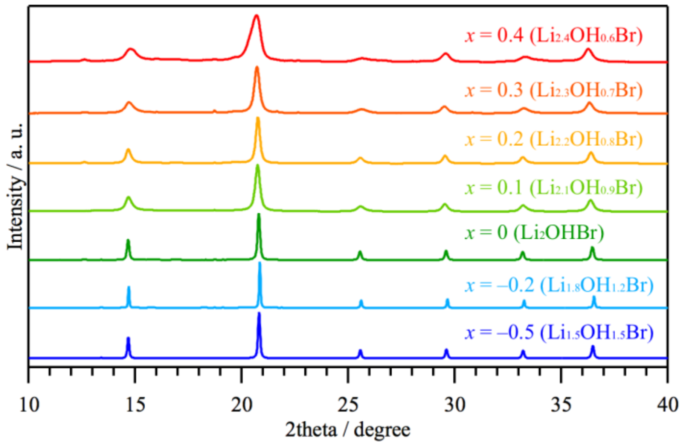

Figure 1. PXRD patterns of the synthesized $Li_{2+x}OH_{1-x}Br$.

4. 参考文献

1. M. K. Sugumar *et al.*, *Solid State Ionics*, **349**, 115298 (2020).
2. T. Yamamoto *et al.*, *Inorg. Chem.*, **59**, 11901–11904 (2020).
3. M. K. Sugumar *et al.*, *Chem. Lett.*, **50**, 448–451 (2021).