



蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定

石垣 範和, 田村 元
名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：全固体電池、酸化物材料

1. 背景と研究目的

酸化物系全固体リチウム二次電池は、高い安全性と高エネルギー密度を有する次世代二次電池として期待されている。しかし、酸化物固体電解質は硬く、高温焼結を必要とする結晶材料であるため、電極/固体電解質界面の接触が不十分となり界面抵抗が高抵抗化し、電池特性が低下する課題が指摘されている。この課題に対し、電極/固体電解質界面を低温且つ低抵抗に接合する材料として結晶化ガラス電解質が注目されている。その理由は、結晶化ガラスは結晶の隙間に非晶質が満たされた複合体であり、結晶化ガラスの靱性により充放電に伴う電極活物質の体積変化に起因する劣化の緩和に有用と考えられるからである^[1]。本研究では、結晶化ガラス材料 $\text{Li}_2\text{O-Nb}_2\text{O}_5\text{-P}_2\text{O}_5$ 材料系に着目し、ゾルゲル法にて合成し、 450°C で焼成した $\text{LiNb}_{1-x}\text{P}_x\text{O}_3$ ($x = 0, 0.3$)粉末について結晶化度を評価した。

2. 実験内容

LiOC_2H_5 、 $\text{Nb}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$ 、 $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_2(\text{OH})\text{PO}$ を所定の濃度でエタノールに溶解し、 $\text{LiNb}_{1-x}\text{P}_x\text{O}_3$ ($x = 0, 0.3$)の原料溶液を調製した。得られた原料溶液を 200°C にて乾燥させた後、管状炉にて酸素雰囲気中 450°C 、1hにて焼成し粉末試料を作製した。得られた粉末試料は、ソーダガラスキャピラリー ($\phi 0.5 \text{ mm}$) に封入し測定を行った。粉末X線回折測定は、あいちSR (BL5S2) で行い、入射光には波長 1.0334\AA 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

図 1 に 450°C にて焼成した $\text{LiNb}_{1-x}\text{P}_x\text{O}_3$ ($x = 0, 0.3$)粉末の粉末 X 線回折の結果を示す。どちらの試料も LiNbO_3 に帰属される複数の回折ピークが確認されたが、P の添加により LiNbO_3 の回折ピークの強度が著しく低下することが明らかとなった。従って、本研究による合成手法では、P の添加により結晶化度が異なる結晶化ガラス粉末が作製できることが示唆された。今後は、試料を薄膜化し、イオン伝導率の評価を行う。

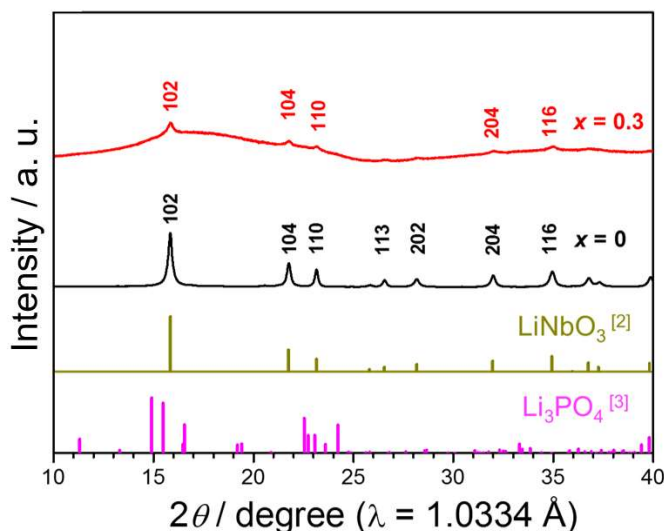


図 1. $\text{LiNb}_{1-x}\text{P}_x\text{O}_3$ ($x = 0, 0.3$)粉末の粉末 X 線回折の結果

4. 参考文献

- [1] T. Okada *et al.*, *Mat. Res. Bull.*, 45 (2010) 1443-1448.
- [2] H. Boysen *et al.*, *Acta Crystallographica.*, B 50(4) (1994) 405-414.
- [3] J. Zemann., *Acta Crystallographica.*, 13 (1960) 863-867.