



蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定

石垣 範和、田村 元、浜田 実久
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

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酸化物系全固体リチウム二次電池が期待されている。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。この課題に対し、低融点材料である固体電解質 Li_3BO_3 が注目されている^[1,2]。その理由は、 Li_3BO_3 の融点が $700\text{ }^\circ\text{C}$ と低く、界面の副反応形成を抑制する低温での焼結に有用だと考えられているからである^[3,4]。本研究では、熔融、再結晶後の Li_3BO_3 の結晶構造に注目し、 Li_3BO_3 粉末の焼結温度依存性を評価した。

2. 実験内容

Li_3BO_3 粉末は固相反応法により合成した。出発原料に $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ と B_2O_3 を用い、ボールミル(BM)で機械的に混合した後、電気炉を用い $700\text{ }^\circ\text{C}$ 、12 h で焼成した。焼成後、再びBMで混合し、 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 、12 h 焼成することで Li_3BO_3 粉末を得た。得られた粉末はペレットに成形し、アルミナ坩堝の蓋の上に載せ、 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 、2 h (昇温レート $200\text{ }^\circ\text{C/h}$ 、室温冷却)にて焼結させた。焼結体はアルミナ坩堝に付着していたが削り取り回収した。その後、乳鉢にて粉碎し、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 1.033 \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に無加熱、 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $800\text{ }^\circ\text{C}$ にて焼結させた Li_3BO_3 の粉末X線回折の結果を示す。いずれの結果も Li_3BO_3 に帰属される複数の回折ピークが確認され、 Li_3BO_3 以外に帰属される回折ピークは認められなかった。従って、本研究により合成された Li_3BO_3 粉末は、融点を超える加熱($700\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $800\text{ }^\circ\text{C}$)と室温冷却により、 Li_3BO_3 として再結晶化することが確認された。

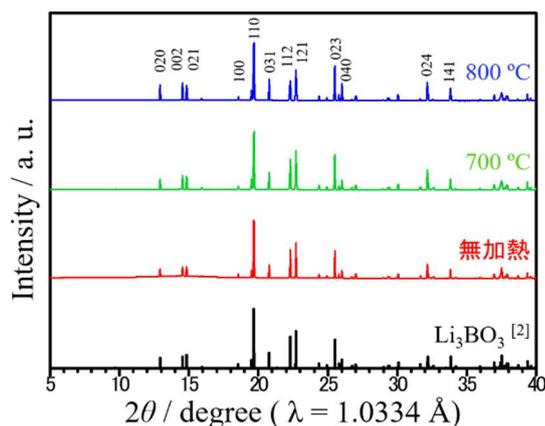


図1. Li_3BO_3 焼結体の粉末 X 線回折の結果

4. 参考文献

- [1] B.S.R. Sastry et al., *J Amer. Ceram. Soc.*, **42** (1959) 216-218.
- [2] F. Stewner, *Acta Crystallographica.*, **B 27** (1971) 904-910.
- [3] K. Tadanaga et al., *Electrochem commun.*, **33** (2013) 51-51.
- [4] S. Ohta et al., *J. Power Sources.*, **238** (2013) 53-56.