



固体電解質の合成経路追跡

小林 弘明, 尾上 可南, 奈須 滉, 松井 雅樹
北海道大学

キーワード：全固体電池, 固体電解質, ガーネット

1. 背景と研究目的

酸化物系全固体電池の固体電解質として、ガーネット型リチウムイオン伝導体が注目されており、特に正方晶 $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ の Zr サイトの一部を Ta や Nb で置換した立方晶材料の研究開発が進められている。固体電解質開発の課題として正極活物質と固体電解質との界面形成の困難さが挙げられ、我々の研究室では固体電解質材料の合成手法探索を進めている。本実験では、Nb 置換ガーネット $\text{Li}_{6.5}\text{La}_3\text{Zr}_{1.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_{12}$ (LLZNO)の焼成過程に着目し、焼成温度における電子状態変化を追跡した。

2. 実験内容

Ar 雰囲気グローブボックス中にて $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 ZrO_2 、 $\text{La}(\text{OH})_3$ 、 Nb_2O_5 を所定の量論比で混合、ペレット成型し、Ar 雰囲気中にて所定の温度で 12 時間焼成した。焼成した材料の Zr K-edge XAFS は透過法にて測定し、解析には Athena^[1]を用いた。

3. 結果および考察

Fig. 1 に Zr K-edge XANES スペクトルを示す。スペクトル形状は 400°C まで変化が見られず、400°C~700°C で変化し、700°C 以上では変化が見られなかった。ラボ XRD での測定結果と合わせて、原料 ZrO_2 は 400°C より高い温度で反応し、700°C で LLZNO が生成したと考えられる。今後、La や Nb の局所構造分析と合わせて生成機構を考察する予定である。

4. 参考文献

1. B. Ravel *et al.*, *J. Synchrotron Rad.* 12, 537 (2005).

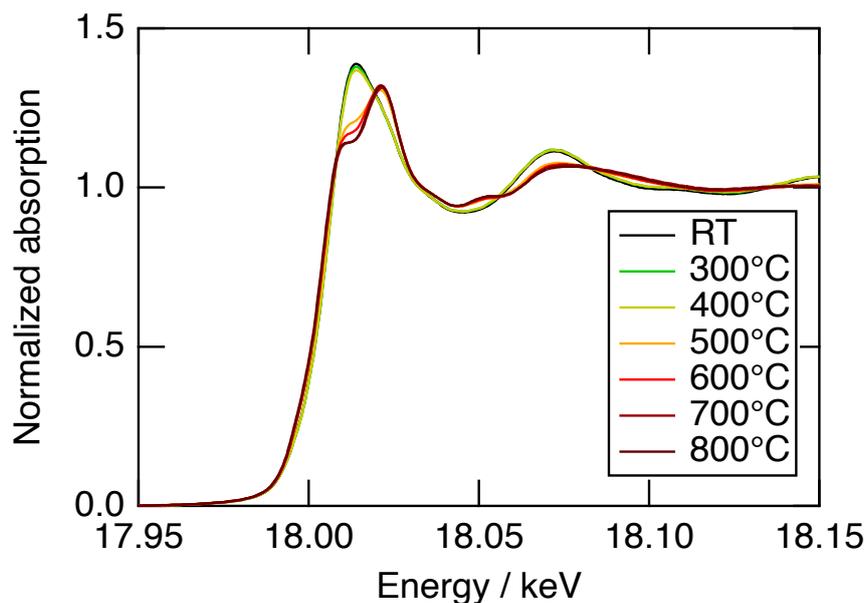


Fig.1 LLZNO 焼成温度毎の Zr K-edge XANES スペクトル