マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書
ARIM User's Report

【Release：2025.12.04】　【Update：2025.12.03】

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	24NM5468
利用課題名 Title	パイロクロア型固体電解質の低温XRD
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	内部利用（ARIM事業参画者以外）/Internal Use (by non ARIM members)
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	革新的なエネルギー変換を可能とするマテリアル/Materials enabling innovative energy conversion
キーワード Keywords	X線回折/ X-ray diffraction,二次電池/ Secondary battery

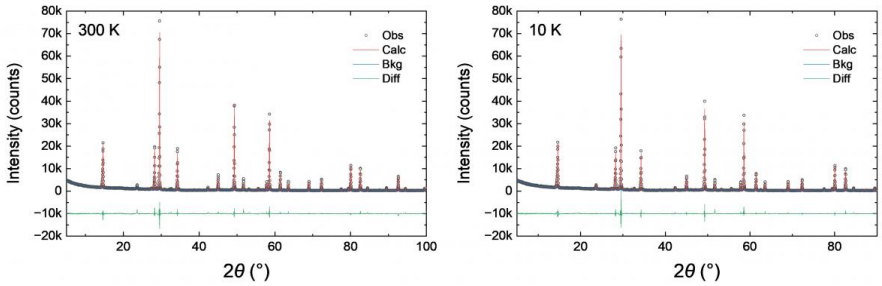
利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	桑田 直明
所属名 Affiliation	物質・材料研究機構
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	長谷川源,杉井かおり
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	松下能孝
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-204：多目的X線回折装置_Cu_SSL NM-216：薄膜X線回折装置_Cu

報告書データ / Report

概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	酸化物型の全固体電池を実現するため、固体電解質における高速リチウム拡散の機構を解明することが求められている。本研究ではパイロクロア型の材料を用いて、低温での粉末XRD測定により、結晶構造の温度依存性を明らかにすることを目的とした。
実験 Experimental	低温粉末XRD測定は、クライオスタットを装備した出力9kWのリガクSmartLab粉末X線回折装置（Cu $K_{\alpha 1}$放射）を用いて、2θ範囲5-100°、ステップ0.02°、スキャン速度4.0° min^{-1}で10Kから300Kの間で行った。試料は、アピーゾンNグリースを用いてCu試料板に取り付け、10 Kまで急冷した（30 K min^{-1}）後、6時間保持し、2 K min^{-1}で各目標温度まで加熱し、XRD測定の前に各目標温度で1時間維持した。XRDデータは、リガクPDXL 2プログラムパッケージを用いてリートベルト解析を含めて解析した。
結果と考察 Results and Discussion	LLNOFで観察される非アレニウス挙動の起源を、可変温度XRDを用いて調べた。10～300Kの温度における粉末試料のXRDパターンは、主成分がLLNOFであることを示した。LLNOFのリートベルト精密化の結果、パイロクロア構造は全温度範囲で維持されているが、格子定数のわずかな変化が観察された。10～200Kでは、格子定数は減少し、負の熱膨張を示すが、200K以上では、格子定数は温度とともに増加することが分かった。
図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1	 Diffraction patterns along with Rietveld refinement according to a single LLNOF phase. The temperatures are 300 K and 10 K, respectively.
その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)	

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI（論文・プロシーディング）[1] DOI (Publication and Proceedings)	Naoaki Kuwata, Fast lithium-ion diffusion in pyrochlore-type oxyfluoride Li1.25La0.58Nb2O6F, *Solid State Ionics*, **428**, 116924(2025). DOI: https://doi.org/10.1016/j.ssi.2025.116924
口頭発表、ポスター発表および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件