

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2009BM0004 実験課題名 Title of experiment  実験責任者名 Name of principal investigator 秦野正治 所属 Affiliation 日産自動車株式会社	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.)  実施日 Date of Experiment 2010年1月24日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

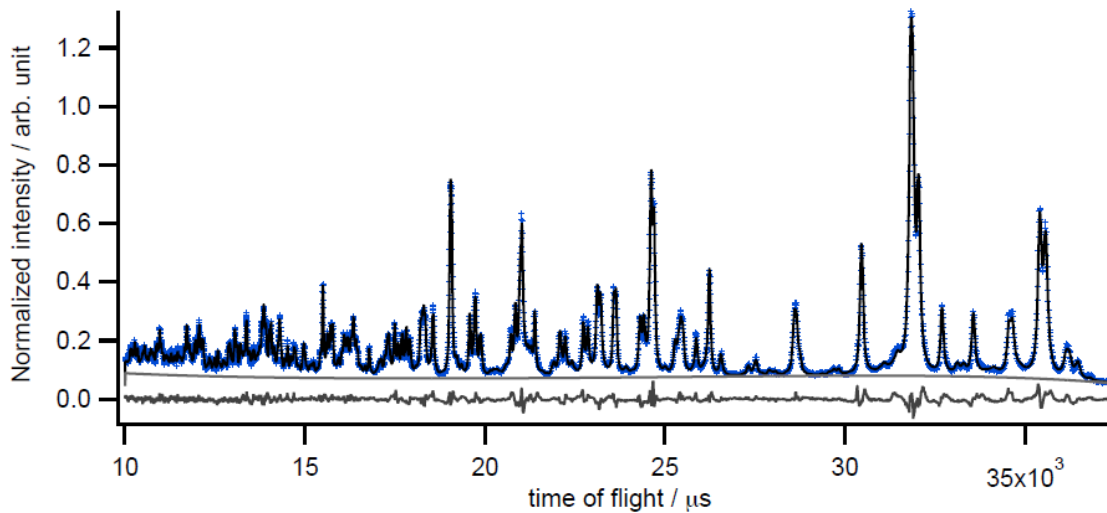
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
<p>Li<sub>0.6</sub>FePO<sub>4</sub>                  粉末</p>

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>FePO<sub>4</sub>とLiFePO<sub>4</sub>を2:3で混合したものを石英チューブ中に真空封入し、高温で固溶状態を形成した後急冷した試料について、急冷の翌日に測定を行った。</p> <p>放射光X線回折実験や電子線回折実験で見られていた、<i>Pmna</i> 面内の様々な超格子存在を示唆する回折情報から想定していた構造モデルを用いて解析が可能な感触を得、単位格子の再設定を含む想定基本モデルの妥当性が支持されつつある。また、その原因となる鉄の電荷秩序についてもその存在を仮定した解析が可能になりつつある。</p> <p>リチウムの占有率については、定量的な追い込みは出来ていないが、その濃淡分布の存在したモデルを用いた解析も可能であった。基本的には、隣接する二つの鉄サイトが2価の場合に占有率 1 付近、3価の場合に0付近の値となり、2価と3価が共存する場合には半分程度の値をとる変調構造が格子エネルギーの観点からも自然な結果と考えている。</p>

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

この構造は、もし実証されれば、これまでの  $\text{Li}_x\text{FePO}_4$  の構造物性研究では見出されていない全く新規なもので、充放電中に準安定な中間状態として存在している可能性もある。また、得られた解析結果におけるリチウムの占有率の総計が 0.6 付近であることが実証されれば、この系の相図における  $x=0.6$  付近に見られる特異な共晶点の起源の説明を与えるものと考えられる。

上記のような予測に基づいた構造モデルの一つに基づいてリートベルト解析を行った結果を下に示す。比較的良好的な精密化が行えているように見えるが、他の構造モデルを否定し、モデルの正当性を主張するレベルには達しておらず、さらなる解析検討を進めている。



a 11.83994\_0.00011

b 4.73635\_0.00003

c 15.58855\_0.00013

beta 100.36082\_0.00075

R\_wp 5.8%

gof 2.375

R\_Bragg 1.90%