

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2013/5/7
課題番号 Project No. 2012BM0007 実験課題名 Title of experiment リチウムイオン電池正極材料の中性子回折 実験責任者名 Name of principal investigator 久保 啓 所属 Affiliation 株式会社日産アーク	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL20 実施日 Date of Experiment 2/27-3/2

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. 焼成温度および Li の質量数の異なる Li ₂ MnO ₃ を固相反応により焼成した。 ・7Li ₂ MnO ₃ 1000°C焼成品 1.4915g ・6Li ₂ MnO ₃ 1000°C焼成品 1.4710g ・7Li ₂ MnO ₃ 600°C焼成品 1.3947g ・6Li ₂ MnO ₃ 600°C焼成品 1.4787g
--

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. Li ₂ MnO ₃ 焼成品について、結晶構造解析を試みた。6Li 使用試料と 7Li 使用試料について強度比を確認し、結晶構造解析が可能か否かを試みた。 粉末試料をバナジウム管に充てんし測定に供した。また、測定は12.5Hz モード(DF)にて測定した。 背面バンクのデータを Z-rietveld にて rietveld 解析を実施した。初期状態の 7Li ₂ MnO ₃ 1000°C焼成品の室温回折データをフィッティングした結果を図 1 に、得られた結晶構造パラメータを表 1 に示す。空間群を C2/m としてフィッティングした結果、Rwp=8.84x10 ⁻² , S=Rwp/Re=6.14 であった。なお、今回の Rietvelt 解析ではサイトミキシングを考慮に入れていない。 また、6Li 使用試料は 7Li 使用試料に比べて回折強度が約 1/25 となり、かなり弱かったが、約 420 分の測定時間を取った結果、十分 Rietveld 解析に耐える強度が得られた。 Li ₂ MnO ₃ の単位格子結晶構造とマクロ構造をマルチスケールで解析するため、90° バンクのデータで PDF 解析を実施した。図 2 に動径分布関数を示す。図中には rietveld 解析によって得られた結晶構造パラメータによるシミュレーション結果も示した。動径関数は一致しないため stackingfault やカチオンミキシングなどの構造で今後解析予定である。

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

表 1 7Li2MnO3 1000°C焼成品 rietveld 解析結果

a	b	c	β
4.928863	8.530017	5.024658	109.325680
	x	y	z
Mn	0	0.167058	0
Li	0	0.5	0
Li	0	0	0.5
Li	0	0.662613	0
O	0.222875	0	0.226836
O	0.251364	0.323549	0.222611

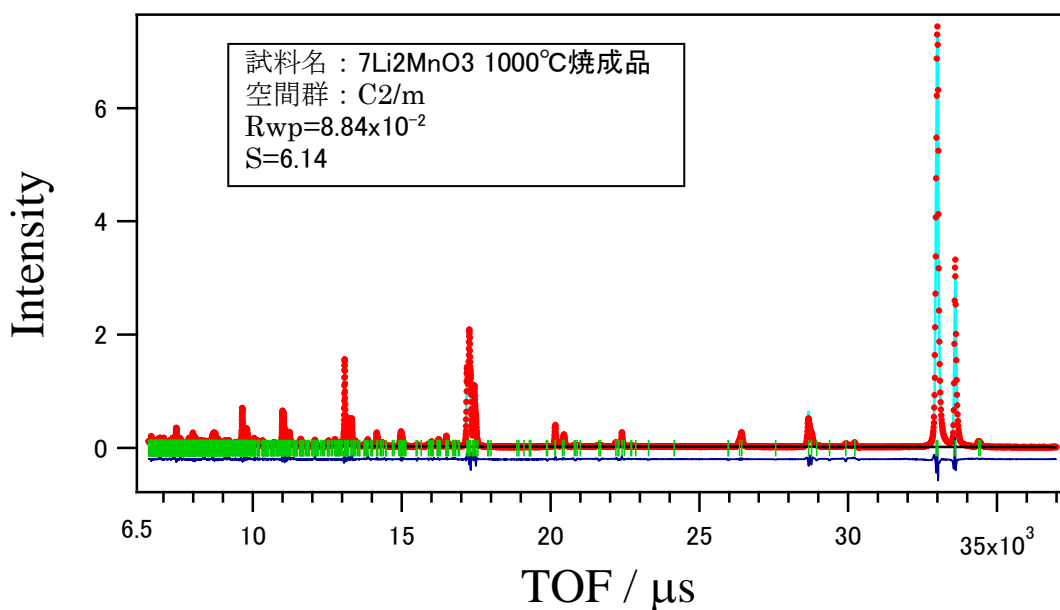


図 1 Rietveld 解析結果

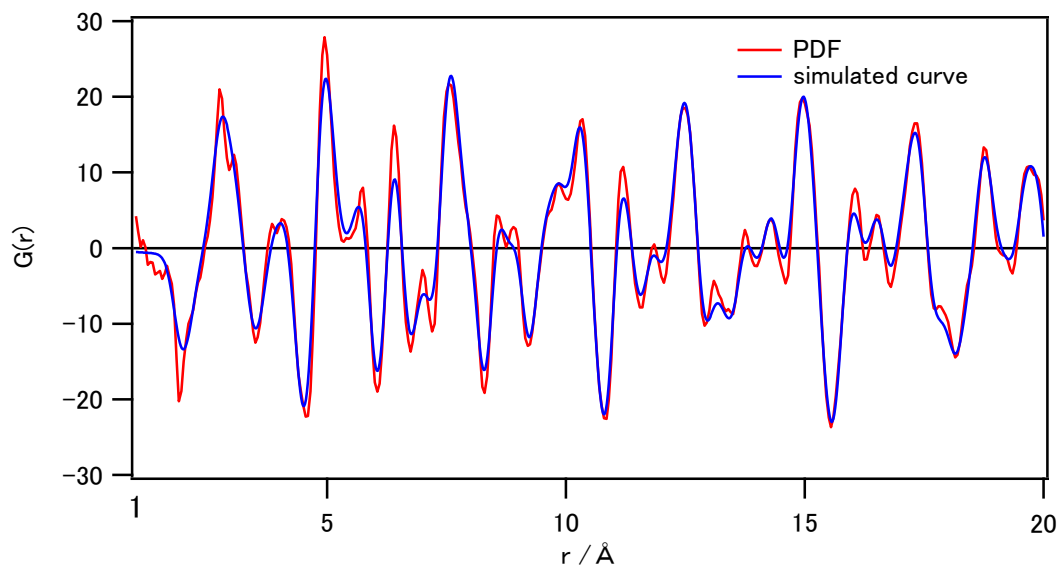


図 2 PDF 解析結果

