

| | | |
|--|--------------------------------|--|
|  茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small> | MLF Experimental Report | 提出日(Date of Report) 2018年5月9日 |
| 課題番号(Project No.) 2017BM0024 実験課題名(Title of experiment) 中性子回折を用いたチタン酸リチウム結晶の詳細構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 町田健治 所属(Affiliation) 日本ケミコン株式会社 | | 装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) 茨城県材料構造解析装置 (BL20) 実施日(Date of Experiment) 2018年3月10日 |

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

| |
|--|
| 1. 実験目的(Objectives of experiment) |
| <p>高エネルギーキャパシタの負極材料としてチタン酸リチウム ($\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) が検討されている。キャパシタはリチウムイオン電池と異なり、数万サイクルの寿命が要求されるため、電極材料の純度が非常に重要である。$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ に含まれる不純物としては、Li_2TiO_3 あるいは Li_2CO_3 が考えられるが、不純物が微量であることと、$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ の回折ピークと重なる部分が多いため、通常の X 線回折測定では現状検出が出来ていない。そこで本実験では各種粉体の中性子回折を測定し、$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ と、Li_2TiO_3 および Li_2CO_3 の回折ピークが明確に分離して得られるかどうかを確認することを試みた。</p> |
| 2. 試料及び実験方法 |
| Sample(s), chemical compositions and experimental procedure |
| <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>(a) $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (b) Li_2TiO_3 (c) Li_2CO_3 (d) $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12} + \text{Li}_2\text{CO}_3$ (1:1 wt%) (いずれの粉体も純度 99.0%の試薬を用いた)</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>約 0.8 g の粉体を 6mm φ のバナジウム管へ導入し(サンプル高さ 45mm)、中性子回折ビームライン iMATERIA(BL20)にて室温、TOF 法にて測定を行った。測定時間は約 50 min/サンプルとした。</p> |

3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

各種粉体の中性子回折パターンを Figure 1 に示す。Li₄Ti₅O₁₂(Figure 1 (a))では 2.52 Å 以上に回折ピークが見られないのに対し、Li₂CO₃(Figure 1 (c))では、2.63、2.82、2.92、3.03、3.80、4.16 Å に高強度の回折ピークが得られることを確認した。このことから、Li₄Ti₅O₁₂ 中に微量不純物として Li₂CO₃ が含まれる場合でも中性子回折を用いることで、検出できる可能性が示唆された。

また、Li₂TiO₃(Figure 1 (b))の回折パターンを見ると、Li₄Ti₅O₁₂ とほぼ同様な位置に回折パターンが得られることが確認された。しかしながら最も強度が高い 2.4 Å 付近を拡大すると(Figure 2)、Li₄Ti₅O₁₂(Figure 2(a))と Li₂TiO₃(Figure 2(b))で回折ピークがずれており、区別できることが明らかとなった。Li₄Ti₅O₁₂ と Li₂TiO₃ を 1:1(重量比)で混ぜた試料の回折ピーク(Figure 2(d))をみても、Li₄Ti₅O₁₂ と Li₂TiO₃ の回折ピークが分離して現れることを確認した。このことから、Li₄Ti₅O₁₂ 中に微量不純物として Li₂TiO₃ が含まれる場合でも中性子回折を用いることで、検出できる可能性が示唆された。

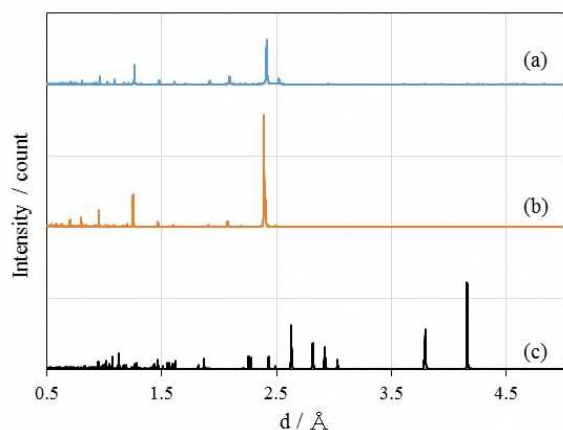


Figure 1 得られた粉体の中性子回折パターン。
(a) Li₄Ti₅O₁₂、(b) Li₂TiO₃、(c) Li₂CO₃。

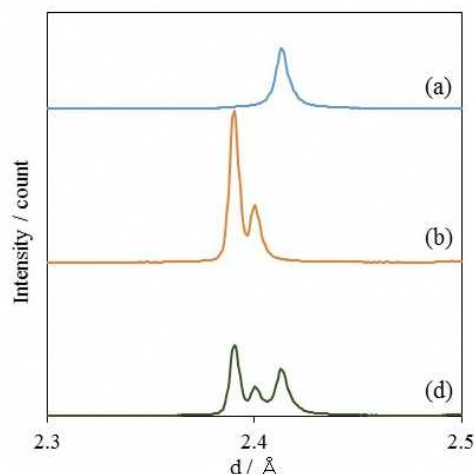


Figure 2 得られた粉体の中性子回折パターン (拡大)。(a) Li₄Ti₅O₁₂、
(b) Li₂TiO₃、(d) Li₄Ti₅O₁₂ + Li₂TiO₃ (1:1)。

4. 結論(Conclusions)

本実験より、Li₄Ti₅O₁₂ 中に微量不純物として Li₂TiO₃ や Li₂CO₃ が含まれる場合でも中性子回折を用いることで検出できる可能性があることが確認された。