

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2010年2月10日
課題番号 Project No. 2008G0016 実験課題名 Title of experiment 中性子回折によるリチウムイオン2次電池材料の結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 古谷 龍也 所属 Affiliation ソニー(株) マテリアル研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA (BL20) 実施日 Date of Experiment 2009年11月14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.

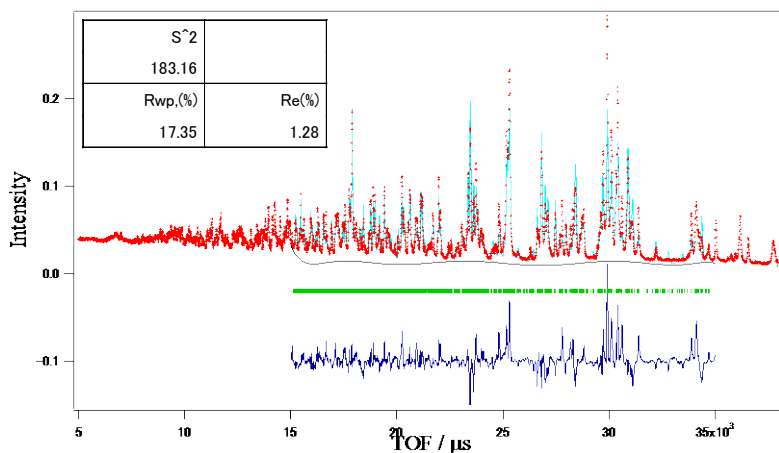
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. 測定試料は下記のリチウムイオン導電体材料3種を茨城県BL:材料構造解析装置(iMATERIA)を使用して中性子回折実験を行った。 (1) LiZr_2PO_4 (2) $\text{La}_{0.62}\text{Li}_{0.16}\text{TiO}_3$ (3) $\text{Li}_{1.3}\text{Al}_{0.3}\text{Ti}_{1.7}\text{PO}_4$ 得られた回折データを元にリートベルト解析を行った。リートベルト解析用ソフトには Z-Code パッケージ内の Z-Rietveld を用いた。

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. 測定粉末試料をバナジウムセル(5.7mmφ×65mm)に充填し、中性子を照射して回折データを得た。(1)~(3)の各試料の測定時間(中性子の照射時間)はそれぞれ6時間31分, 16分, 86分であった。(2)の試料については中性子の吸収係数の大きなLiを積極的に7-Liに同位体置換して短時間で十分な強度が得られるよう試みた。その結果、16分という短時間で十分な強度が得られた。 (1)~(3)のリートベルト解析結果を以下に示す。
--

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

(1) LiZr_2PO_4

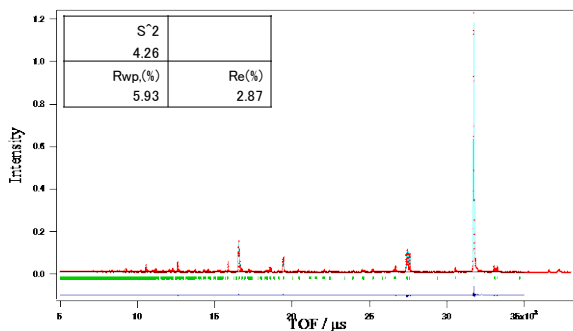
文献では空間群 C-1 triclinic であるが、P-1 の空間群でしか扱えないので座標を増やして解析を行った。



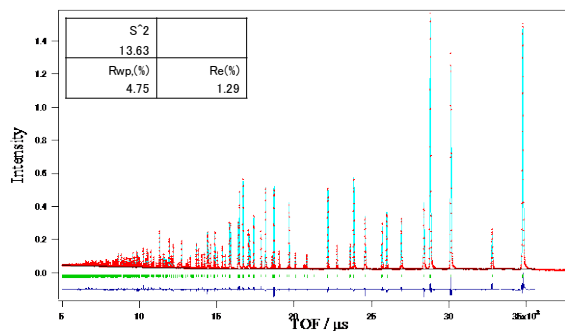
a,	b,	c(A),	alpha,	beta,	gamma(deg.)
15.07549(6)	8.85882(3)	9.12446(4)	89.64260(18)	123.92260(16)	90.45734(37)

フィッティングの良さを表す S 値が悪く、図の残差も大きいことから現状フィッティングがうまくいっていない。ピーク位置については一致していると思われるが強度が合っていない。実験室の X 線回折測定では同定は出来ているので材料自体は単相であることは確認している。解析が途中なのかソフトウェアでのプロファイルパラメーターが決まっていないのか検討中である。

(2) Sample : $\text{La}_{0.62}\text{Li}_{0.16}\text{TiO}_3$
SpaceGroup : Cmmm (65) Orthorhombic



(3) Sample : $\text{Li}_{1.3}\text{Al}_{0.3}\text{Ti}_{1.7}\text{PO}_4$
SpaceGroup : R-3c (167) Hexagonal



(2), (3)については残差の様子からはフィッティングがうまくいっていると思われる。今後、解析ソフトが完成したら最大エントロピー法により原子核密度分布を求め、リチウムイオンの伝導メカニズムを検討する予定である。