

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2008G0043 実験課題名 Title of experiment リチウムイオン二次電池電極活物質の中性子散乱構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 工藤 喜弘 所属 Affiliation ソニー(株) 先端マテリアル研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) 茨城県材料構造解析装置(BL20) 実施日 Date of Experiment 2009年11月14、15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. リチウムイオン二次電池正極活物質LiCoO <sub>2</sub> 多結晶粉末、同LiMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub> 多結晶粉末など。
---

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. リチウムイオン二次電池正極活物質多結晶粉末をバナジウム管(内径 5.8 mm)に 2~3g程度充填し、封止した。所定の手順に従って、バナジウム管に封止した試料を中性子線照射領域に移動させた。J-Parcは出力 100 kWで運転された。パルス中性子線を 1~1.5 時間程度、試料に照射しながら、中性子の飛行時間に対する試料からの中性子線の回折強度を積算した。一例として、LiCoO <sub>2</sub> 多結晶粉末で得られた飛行時間型中性子回折プロファイルをFig. 1 に示す。その実験データを元に、施設側で開発されている解析ソフトウェア Z-Rietveldを用いて、Rietveld解析によって精密化された結晶構造パラメータの値をTable 1 に示す。今回実験は、トライアルユースという位置づけでなされ、ここに示した解析結果は、茨城県材料構造解析装置グループ(代表 茨城大 石垣徹教授)の全面的なご協力で得られたものである。これによれば、実験データに対するRietveld解析結果のフィットの程度を示す指標はRwp=3.45%およびRe=1.69%ということで、フィットの程度は非常に良好になされたことが分かる。結果自体も、既報のLiCoO <sub>2</sub> の結晶構造データと矛盾しない。よって、同活物質多結晶粉末のRietveld解析を行う上で、本実験装置および解析ソフトウェアの有効性を我々として十分に確認することができた。
--

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

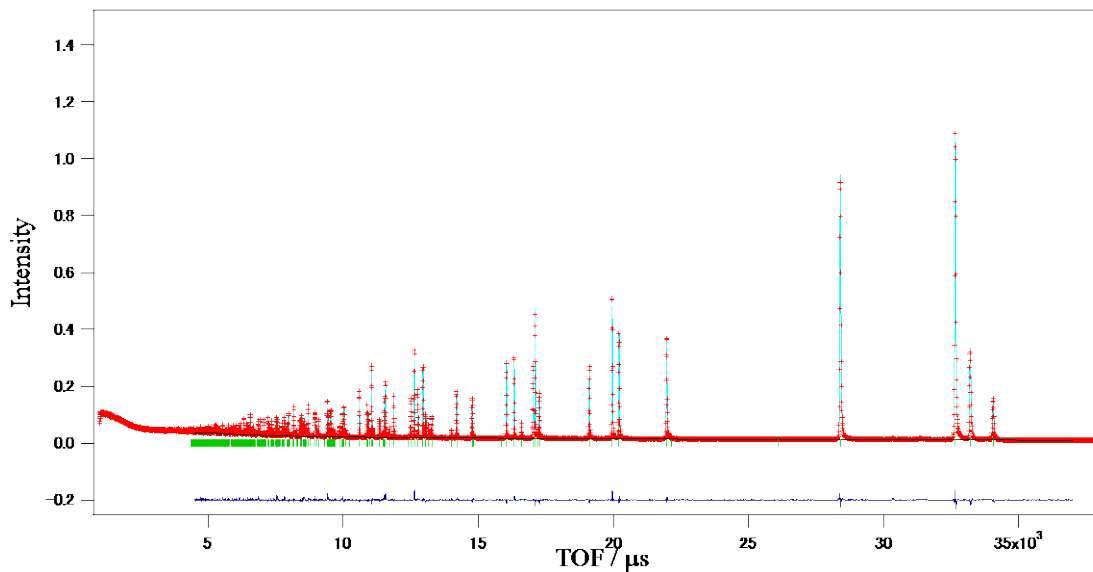


Fig. 1.  $\text{LiCoO}_2$  多結晶粉末の飛行時間型中性子回折プロフィール。実験データは赤い点で、Rietveld解析により精密化されたプロフィールは水色の実線でそれぞれ表されている。

Table 1.  $\text{LiCoO}_2$  多結晶粉末の中性子回折データのRietveld解析により求められた結晶構造パラメータ。

a,	b,	c(A),	alpha,	beta,	gamma(deg.)
2.816576	2.816576	14.05999	90.00	90.00	120.00
0.000002	0.000002	0.00002	0.00000	0.00000	0.00000
atom	g	x	y	z	B
Li	1.00000	0.00000	0.00000	1/2	0.902
	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.005
Co	1.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.200
	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.003
O	1.00000	0.00000	0.00000	0.26050	0.342
	0.00000	0.00000	0.00000	0.00001	0.001