

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2010AM0018  実験課題名 Title of experiment リチウム二次電池材料の高度解析の基盤技術開発 実験責任者名 Name of principal investigator T. Kamiyama 所属 Affiliation KEK	装置責任者 Name of responsible person T. Ishigaki 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA (BL20) 実施日 Date of Experiment 2010/11/23 10:00 – 25 10:00

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>LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Li(NiCoMn)O<sub>2</sub>, Li<sub>2</sub>MnO<sub>3</sub>-LiMnO<sub>2</sub></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>本研究では、リチウム二次電池材料構造解析の基盤技術開発を行う目的で、LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (LMO)、Li(NiCoMn)O<sub>2</sub>、Li<sub>2</sub>MnO<sub>3</sub>-LiMnO<sub>2</sub>の塗布電極の基礎データ等を取得することを目的とした。</p> <p>効率的に多数の塗布電極を測定するため、持ち込み機器として iMATERIA 用に開発した縦型試料交換機を用い、室温測定を実施した。ビーム強度は200kWで最大強度ピークがほぼ1万カウントになるまで測定した結果、おおよその測定時間は、LMO が 20min.、NCM が 60min.、Li<sub>2</sub>MnO<sub>3</sub>-LiMnO<sub>2</sub> 固溶系が 120min.となった。測定時間の違いは、試料の焼成温度と結晶性の影響および、結晶の対称性の違いによる違いに起因する。回折図形の一部を図1に示す。集電体のピークも存在するが、主に活物質の回折図形となっており、十分に解析可能なデータが取得できた。現在解析を進行中であるが、LMO のリートベルト解析結果の一例を図2と表に示した。また、14430 型電池の巻電極について様々な実験条件を変えた測定を実施した。今回の実験では、電極集電体や外装フィルム越しに電極材料データが得られることを確認できたため、今後、様々な電極材料への展開が期待できる。</p>

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

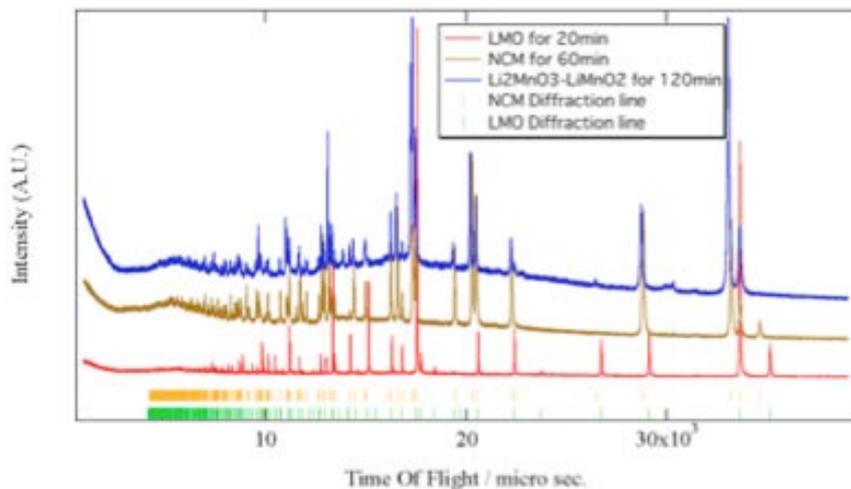


図1 測定例。LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Li(NiCoMn)O<sub>2</sub>, Li<sub>2</sub>MnO<sub>3</sub>-LiMnO<sub>2</sub>固溶系電極測定。

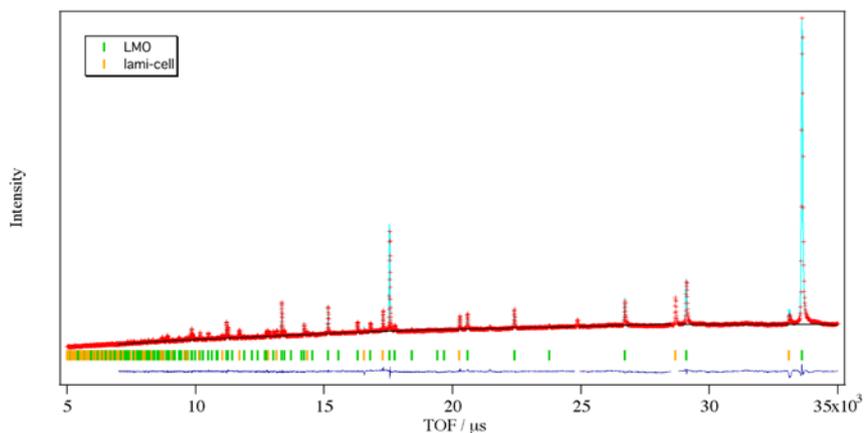


図2 LMO のリートベルト解析結果の例。

表 LMO のリートベルト解析結果の例。

atom	g	x	y	z
Li(1)	1.0	1/8	1/8	1/8
Mn(1)	1.0	1/2	1/2	1/2
O(1)	1.0	0.26304(17)	=x(O(1))	=x(O(1))

Note: Space group *I**d*-3*m*, *a* = 8.21453(2)Å, *R*<sub>w</sub>p=2.17