

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2011年9月13日
課題番号 Project No. 2010BM0012 実験課題名 Title of experiment 熱 CVD 炭化処理によるリチウムイオン電池正極材料構造への影響 実験責任者名 Name of principal investigator 太田 慶新 所属 Affiliation 株式会社マイクロフェーズ	装置責任者 Name of responsible person 石垣教授 装置名 Name of Instrument/(BL No.) 材料構造解析装置 実施日 Date of Experiment 前半 2011/1/26 後半 2011/3/10 計 20 時間

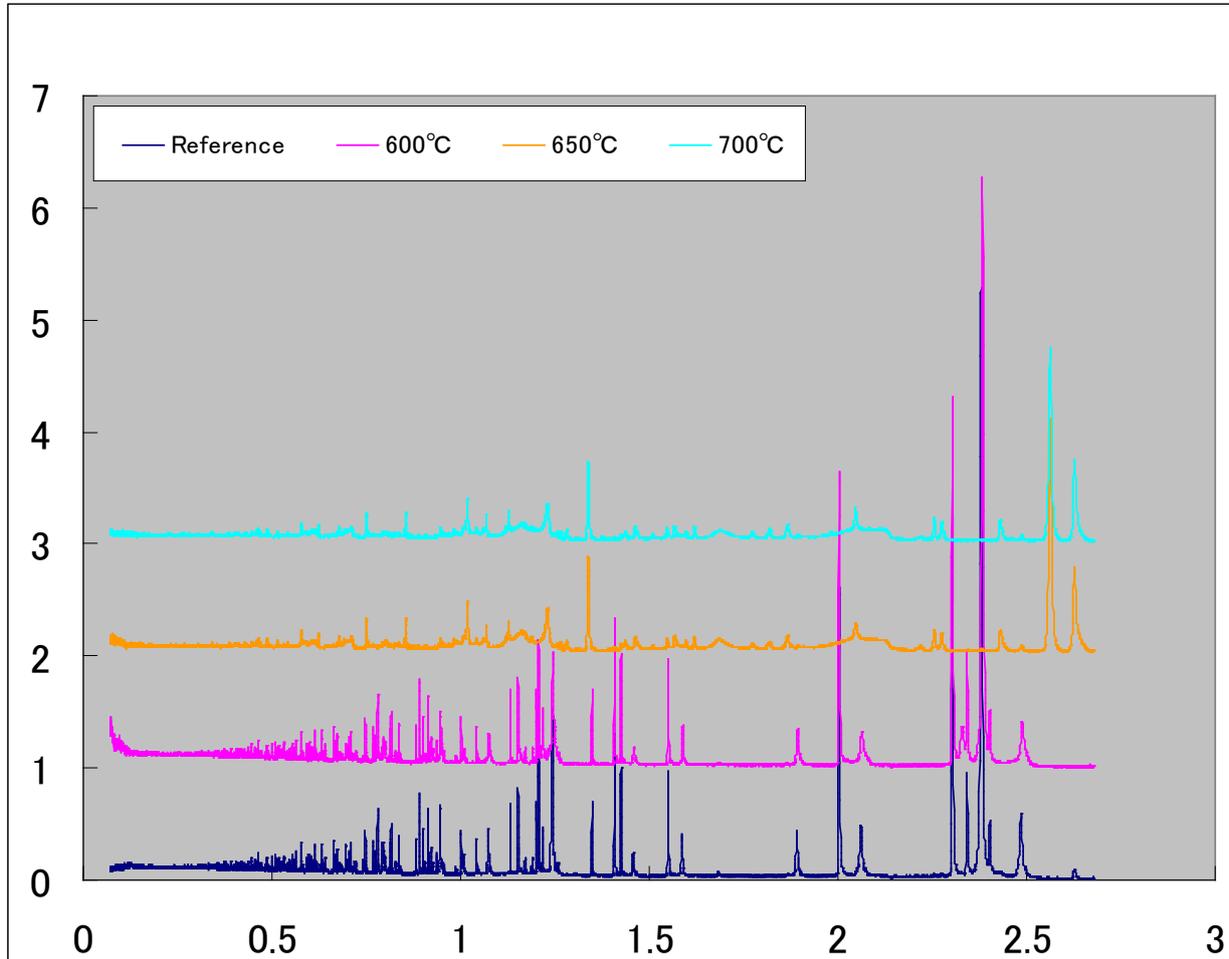
試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
<ol style="list-style-type: none"> 1. 標準サンプル: Mn/Co 系リチウム正極材にカーボンブラック5%添加 2. 低温 CVD: Mn/Co 系リチウム正極材を低温 CVD 処理 3. 中温 CVD: Mn/Co 系リチウム正極材を中温 CVD 処理 4. 高温 CVD: Mn/Co 系リチウム負極材を高温 CVD 処理

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>試料1においては、リチウムイオン電池正極材として用いられている市販のコバルト酸リチウム材料とマンガン酸リチウム材料を1:1の割合で混合し、さらにカーボンブラック5%添加しておいたもので、CVD 処理前の構造を確認するための標準試料として用いた。試料2-4は、カーボンブラックを添加していない上記標準試料に対して、それぞれ 600°C、650°C、700°Cの熱 CVD の炭化処理を行い、カーボン成長を行ったもの。</p> <p>本実験の目的は、正極材試料を CVD 炭化処理することによって、試料表面にカーボンを析出させ、導電性を高めることである。ただし、CVD 処理しても、試料本来の結晶構造が壊れないことが要求される。結晶構造の変化に最も影響しやすい CVD 条件の一つはプロセス温度である。通常のCDVプロセスでは600°Cを越える温度で実施しており、その過程を経ると構造変化が生じていたが、今回は新たなプロセスを開発し、600°C以下の温度領域で炭化処理を実施した。</p> <p>CVD 炭化処理後の試料において、カーボン生成率が約 1% 前後であった。導電性は、同量のカーボンブラックを添加した場合に比べて、4 倍の導電性が得られた。</p>

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

前記 4 試料の中性子回折測定を行い、下図の回折スペクトル曲線を得た。



回折曲線を比べると、600°Cの CVD サンプルは、標準サンプルとほぼ同程度のスペクトルパターンが見られる。その他の2サンプルは標準サンプルと大きく異なるスペクトルパターンを示した。これは、600°C CVD サンプルにおいては、試料由来の結晶構造がほぼ保ったままであることを示唆する。