

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2011年3月2日
課題番号 Project No. 2010AM0021 実験課題名 Title of experiment 標準電池材料の中性子による構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 佐久間 隆 所属 Affiliation 茨城大学	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA (BL-20) 実施日 Date of Experiment 2011年2月4日および2011年2月17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.
1) 二次電池正極材料 LiFePO_4 2) 二次電池正極材料 LiCoO_2

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>二次電池の電極材料および電解質材料を開発している企業などが協力し、中性子線を利用した電池材料の研究を行っている。この実験を行う前に、東京で標準電池材料研究会に参加している企業との研究会を開き、この後メールで各企業からのアンケートをもとにして、実験テーマおよび測定試料の選択などを行った。今回の実験では2種類の試料を使用した。</p> <p>1) 1 つ目の試料は、二次電池正極材料の LiFePO_4 である。この試料は、ソニー(株)より無償で提供されたものである。実験の目的は、300 Kおよび 620 Kにおいて回折パターンを測定し結晶構造の温度依存性をリートベルト解析により明らかにすること、また、MEM解析を実施する際に、たとえば最大値が1万カウントで測定した場合と 10 万カウントで測定した場合に解析結果が異なるか検討することである。試料は 6 φ のバナジウム容器に充填された。この際、高温で測定を行うため、銅製の試料キャップを利用した。試料の密度は 0.8865 g/cm^3 である。加速器は 200 kWで運転されており、SFにおいて最大値が1万カウントとなる測定に約 30 分を必要とした。</p>

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

測定は2つの温度(300Kおよび620K)で行い、それぞれ4回測定した。時間は、30分(1)、1時間(2)、1時間半(3)、2時間(4)となっている。30分を1とすると、時間は()の中のようになる。これらのデータの足し合わせ方によっては、たとえば(1)から(10)までのデータに対応する値が得られる。今年度末に予定されているMEM解析用プログラムが配布後に、MEM解析を試みる予定である。

2)2 つ目の試料は、二次電池正極材料として利用されている $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$ である。この試料は、住友化学(株)より無償で提供されたものである。実験の目的は、リチウム濃度の異なる 5 種類の $\text{Li}_{1-x}\text{CoO}_2$ からのパターンを測定し解析することで、リチウム濃度の差が検知可能かどうかを明らかにすることである。試料は 6 ϕ のバナジウム容器に充填された。試料の密度は約 2.0 g/cm^3 である。加速器は 200 kWで運転されており、DFIにおいてそれぞれ約 1 時間の測定を室温で行った。なお、この実験では真空槽に試料を搬入するロボット機構が動作せず、手動で試料交換を行う必要が生じた。このため、真空槽の真空を破り、ハッチを開けて試料の付け替え、真空引きなどを行い、1 つの試料ごとに約 1 時間の真空操作を必要とした。

これら2つの実験についての解析結果は、平成 23 年 7 月ごろに開催予定の「リチウム電池共同実験報告会」で実験参加企業に報告し結果を検討する予定である。今回の実験で得られた、試料測定時間、高温領域のデータ測定法、測定データ、リートベルト法やMEM法などのデータ解析法などについて、各企業で共有する予定である。