

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019PM3007 実験課題名(Title of experiment) 不定比化合物電子・電池材料の結晶構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 石垣 徹 所属(Affiliation) 茨城大		装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日(Date of Experiment) 2019/4/8

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
本研究では、充放電中の材料の結晶構造変化を動作中中性子回折実験を実施することにより検討することを目的としているが、実電池としてラミネートセル電池を用いることを予定しており、活物質の量の少なさやビーム強度を勘案して、多層型のラミネートセルを用いての測定を目的とした。

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure 3. 実験結果及び考察 (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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons. 4. 結論(Conclusions)

諸般の事情により多層型のセルの準備がかなわなかったため多層型の電池セルのその場測定は実施出来なかった。関連物質としていくつかの測定を実施した。次の3例を示す。

(1) 鉄鉱石中のP濃度測定

鉄鉱石プロジェクトの利用に向けた、鉄鉱石中の磷濃度の測定の可能性に関して中性子回折実験を実施した。図には試料AのRietveld解析パターンを示す。鉄鉱石の主成分である、 α -FeOOHおよび、 α -Fe₂O₃およびその磁気反射、そしてSiO₂の3相での解析ができた。表には試料Aの α -FeOOHの構造解析結果を示す。FeサイトのFeとPの占有率は温度因子は共通にして、占有率を独立に精密化を実施した。解析の結果、Pの占有率は0もしくは負値をとり、今回の解析ではFeの欠損は示唆する結果では有るが、Pの存在を積極的に示す結果を得る事は出来なかった。

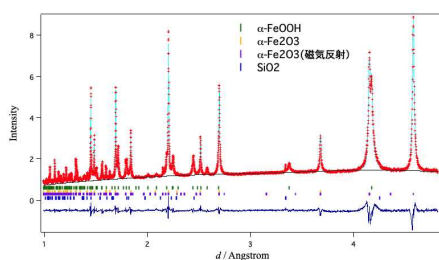


図 鉄鉱石試料Aの背面バンクのRietveld解析パターン

(2) DD法検討用データ測定

DD法(直接導出法)とは、結晶構造を精密化する事なく、存在比を求める事が可能な手法である。これまで、X線データに対して開発を進めてきたが、中性子回折データへの対応を進めることとなり、J-PARC粉末グループ(装置グループ)でも協力をする事となり、先導研究のビームタイムを利用して、標準試料を適当な割合で混合した試料についての中性子回折実験を実施した。回折パターンを図に示す。

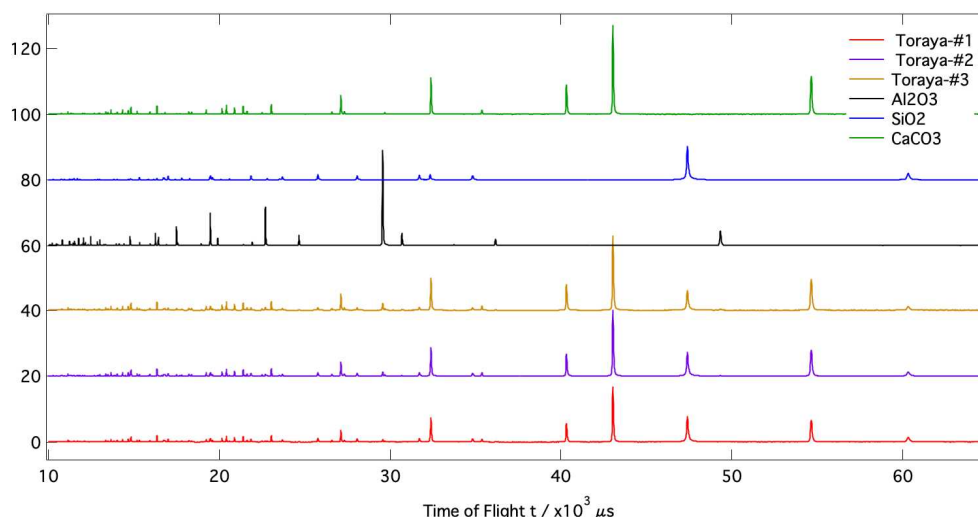


図 DD法テスト用測定データの回折パターン

(3) 全固体電池測定の予備測定

全固体電池のその場測定に関しては別課題での実施であったが、その測定を補うような測定を実施した。詳細は割愛する。