 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2012年8月5日
課題番号 Project No. 2012AM0007 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 平成 24 年 5 月 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.

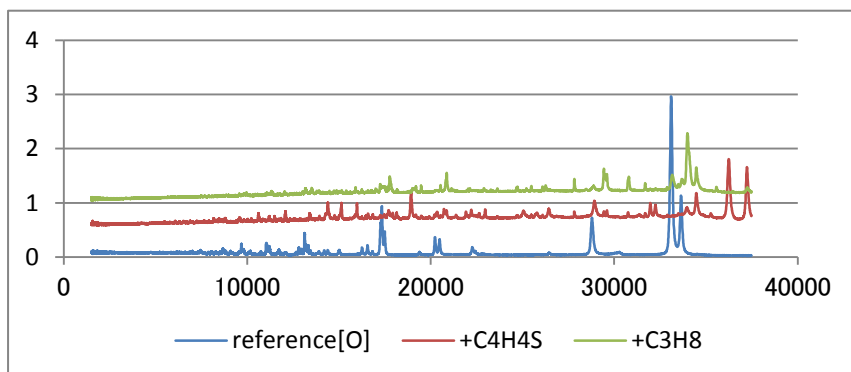
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
試料 1: Li-NiMnCo 酸化物(Mn 主成分) レファレンス 1(sample O) 試料 2: Li-NiMnCo 酸化物(Ni 主成分) レファレンス 2(sample HN) 試料 3: sample O/N2 窒化 試料 4: sample HN/N2 窒化 試料 5: sample O/チオフェン炭化 試料 6: sample O/プロパン炭化 試料 7: sample O/NH3 窒化 試料 8: sample HN/NH3 窒化

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.
3 元系(Ni、Co、Mn)のリチウムイオン電池正極材に対して前処理を施し、「O」基タイプと、「HN」基タイプの2種類の標準試料を用意し、それらに対して炭化や窒化処理を実施した数種類の試料を分析に用いた。 試料1および2は「O」タイプおよび「HN」タイプの標準試料で、試料3-8は、各種ガスと温度条件で窒化や炭化させた試料。昨年までの処理方法では、正極材の元来の結晶構造が CVD 処理によって変化した(壊れた)ため、今回は、以前と異なるガス種類の窒化や炭化 CVD 処理を実施し、原材料の結晶構造の変化の有無を調べることにした。 窒化においては、N2 の場合と、NH3 の場合とを実施した。N2 は分解しにくいので、高温が必要とされるが、それに対して NH3 は割合低温でも分解できるので、原材料の結晶構造が破壊しにくいであろうと推測した。 炭化においては、今までに使用したことのないガスを用いた。チオフェン蒸気とプロパンガス。いずれも、やや低温域での分解が予想される。

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

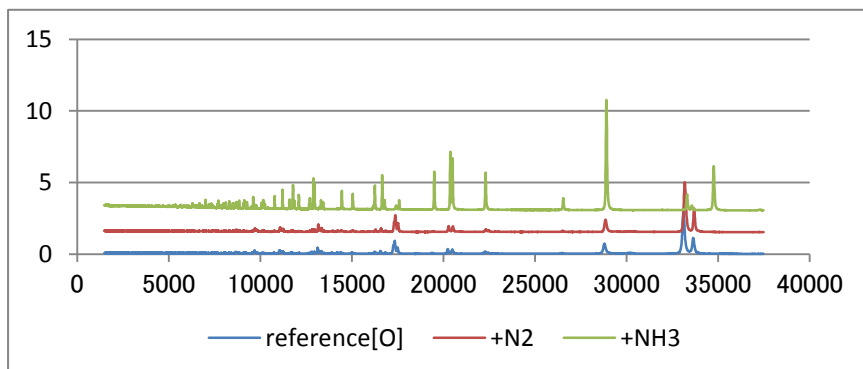
◆ 「O」タイプ試料の炭化処理について、

下図は、「O」タイプ試料(青)を用いて、チオフェン(赤)あるいはプロパン(緑)による CVD 炭化処理を実施した試料の中性子回折スペクトルを示す。いずれの処理でも、スペクトル分布が大きく変化していることがわかった。原材料の結晶構造が損なわれていると解釈できる。



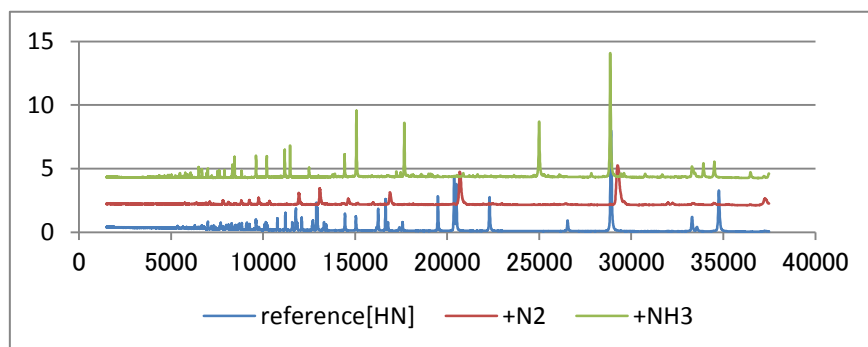
◆ 「O」タイプ試料の窒化処理について、

下図は「O」タイプ試料(青)を用いて、窒素ガス(赤)あるいはアンモニアガス(緑)による CVD 窒化処理を実施した試料の中性子回折スペクトルを示す。推測に反して N₂ 処理ではスペクトル変化がほとんど見られず、NH₃ 処理では変化した。アンモニアの分解によって得られた水素ラジカル成分が酸化物試料を還元してしまったと解釈している。



◆ 「HN」タイプ試料の窒化処理について、

下図は「HN」タイプ試料(青)を用いて、窒素ガス(赤)あるいはアンモニアガス(緑)による CVD 窒化処理を実施した試料の中性子回折スペクトルを示す。いずれの処理でも、スペクトルの大幅の変化が見られた。



■ 結論: 「O」タイプ試料に対する N₂ の窒化処理のみが原料の構造変化を維持し、その他の反応性ガスすべてが原料と反応することがわかった。原料の構造を壊さない炭化 CVD 法が得られなかった。

