

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2018AM0017 実験課題名(Title of experiment) リチウムイオン電池用正極材料の結晶構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 江口 達哉 所属(Affiliation) 株式会社 豊田自動織機	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 i MATERIA 実施日(Date of Experiment) 2018/6/15

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)
リチウムイオン電池用正極材料の結晶粒の状態と欠陥(カチオンミキシング)との関係を明らかにする。

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Co}_{0.1}\text{Mn}_{0.1})\text{O}_2$ * 結晶成長制御により結晶性の異なる 3 水準 Sample 1: 多結晶体(一次粒径:100nm) Sample 2: 前駆体制御(一次粒径:1000nm) Sample 3: 焼成条件制御(一次粒径:1000nm) 2.2 実験方法(Experimental procedure) 試料: バナジウムホルダー(6mmφ × 6cm) 3cm 程度充填 測定カウント数: 最大ピーク強度 10,000 カウント程度となるよう測定時間を設定 解析ソフトウェア: Z-Rietveld(ver. 1.0_2) 空間群: R-3m $(\text{Li}_{1-m}\text{Ni}_m)(\text{Ni}_{0.8-m}\text{Co}_{0.1}\text{Mn}_{0.1})\text{O}_2$ (m=カチオンミキシング量) 3b サイトに Ni カチオンミキシングを想定。

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.

測定プロファイルとリートベルト解析の結果を図 1 に示す。測定プロファイルを赤ドット、計算プロファイルを緑線、残差を青線で表している。

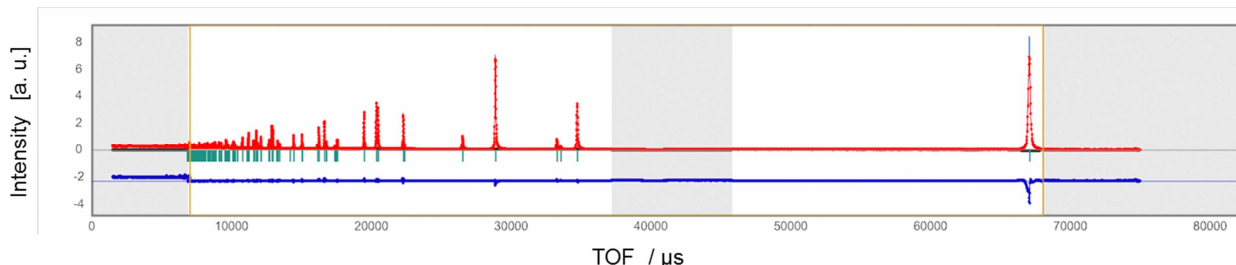


図 1 中性子回折の測定プロファイルとリートベルト解析より算出したプロファイル (Sample 1)

中性子回折のリートベルト解析結果を表 1 に示す。

表 1 中性子回折のリートベルト解析結果

	Refined Structure	Lattice Parameter			Z_{Ox}	R_{WP}	R_p	R_c	S^2
		a-axis	c-axis	c/a					
Sample 1	$(Li_{0.9798}Ni_{0.0202})(Ni_{0.7798}Co_{0.1}Mn_{0.1})O_2$	2.8715	14.1983	4.945	0.25893	7.043	5.566	3.284	4.599
Sample 2	$(Li_{0.9798}Ni_{0.0202})(Ni_{0.7798}Co_{0.1}Mn_{0.1})O_2$	2.8736	14.1980	4.941	0.25887	5.753	5.213	3.868	2.212
Sample 3	$(Li_{0.9976}Ni_{0.0024})(Ni_{0.7976}Co_{0.1}Mn_{0.1})O_2$	2.8740	14.1956	4.939	0.25864	5.864	5.901	3.111	3.551

今回評価した試料は格子定数、Ni カチオンミキシング量が試料間で異なっていることが分かる。Sample1 と 2 のカチオンミキシング量はほぼ同じ値であり、Sample 3 は小さい結果となった。カチオンミキシングに対しては前駆体制御よりも焼成条件制御が有効であることが分かった。

4. 結論(Conclusions)

$Li(Ni_{0.8}Co_{0.1}Mn_{0.1})O_2$ のカチオンミキシング量には一次粒径との間に直接的な相関を確認することはできなかった。焼成条件の制御を組み合わせることでカチオンミキシングを低減できることが分かった。

今後は電池特性との相関、劣化後の構造変化との関係性を評価していく予定である。