

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

利用報告書

報告日 2023/02/20

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

●利用課題名

微細化 Li_2TiO_3 系正極材料の局所構造変化解析

●申請者情報

機関名：山口大学

部署名：大学院 創成科学研究科

代表者：喜多條 鮎子 准教授

●利用期間

2023/2/6 ~ 2023/3/31

●利用装置

JEM2100 & JEM ARM200F（名古屋大学）委託分析

●利用分野

エネルギー ナノテクノロジー・物質・材料

●利用目的

エネルギーの供給を安定的に進めるための一つの方法として、蓄電池を利用することが検討されている。その蓄電池候補として、リチウムイオン電池が検討されているが、高エネルギー密度化や安全性など克服すべき課題は多い。この次世代リチウムイオン電池の正極材料として、 Li_2TiO_3 - LiMnO_2 固溶体正極について検討を進めている。しかしながら、この材料のボールミルによる微細化及び熱処理に対して特性が変化する要因については明らかにできていない。この要因について検討を進めるため、リチウム及び遷移金属イオンの混合状態や電子状態からアプローチすることを目指している。これまで得られた知見を基に、今回の分析では、構成要素である Li_2TiO_3 単体をボールミル、熱処理した試料のミクロな構造および電子状態変化を確認し、これまでに得られた Li_2TiO_3 - LiMnO_2 固溶体の結果と比較することを目的とした。

●利用結果

図 1, 2 にミリング処理した Li_2TiO_3 試料の STEM-EELS 分析結果を示す。Li の分布（図 1 下段）はミリング後もほぼ同様であるが、Li K 吸収スペクトル（上段右図）を詳細に見ると、矢印で示した位置に Li_2O 生成由来と思われる小さいピークが見られ、表面だけでなく広く粒内に分布しているこ

とがわかる。

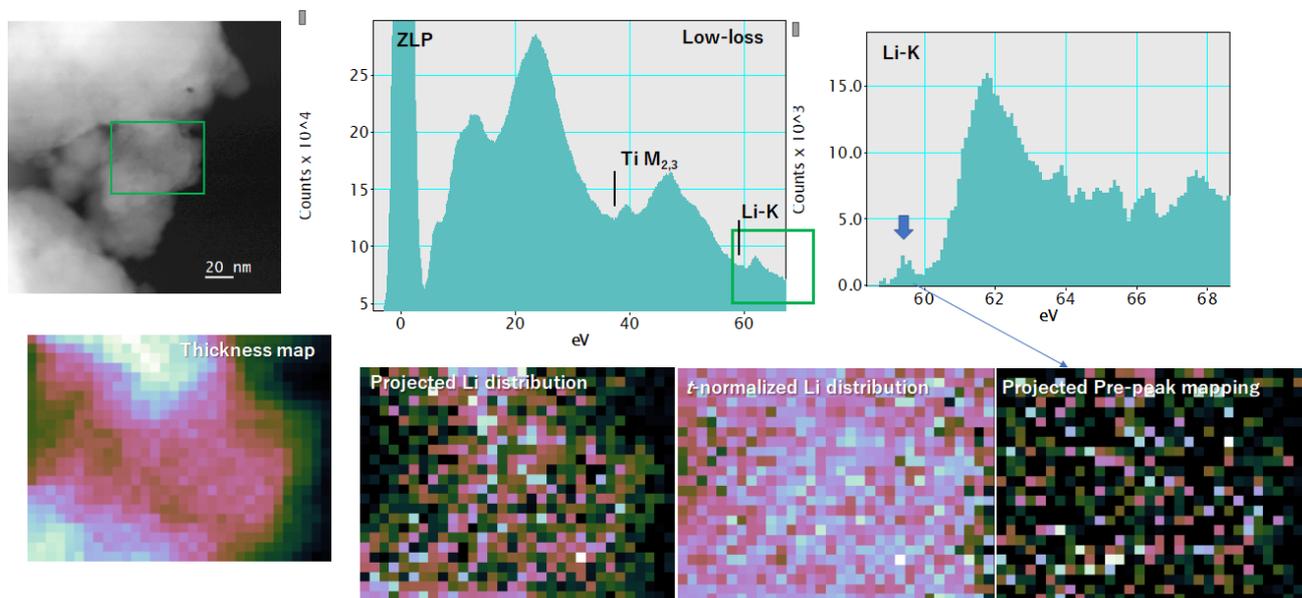


図1 メカニカルミリングした Li_2TiO_3 試料の STEM-EELS 分析結果 (Low-Loss 側).

図2 上段左に同様の粒子における酸素及びチタンの組成分布を、スペクトラムイメージデータの次元削減法によるチタンの化学状態分析 (下段) 及び分布可視化 (右列) の結果を示す。ミリングによって粒子の一部が非晶質化し、更に粒子表面付近ではチタンが4価から3価に還元されていることが示された。このことはここで示したように表面において酸素組成が低下しているためと考えられる。

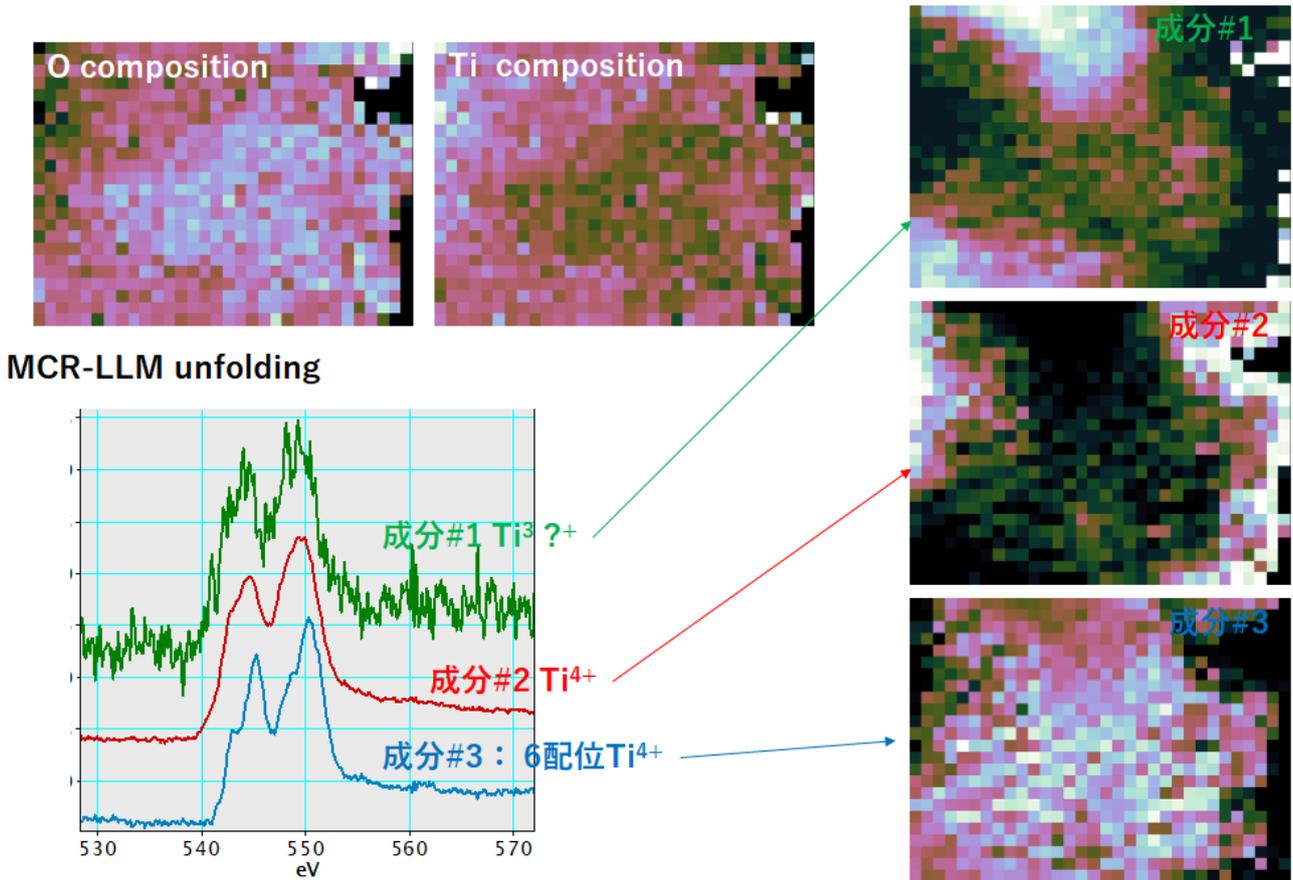


図2 メカニカルミリングした Li_2TiO_3 試料の STEM-EELS (High-Loss 側) による酸素および Ti の粒内組成分布と Ti の価数状態分布の分析結果.

●成果公開について

・ 確定している成果公開

- 1) 喜多條 鮎子、松田 奨平、武藤 俊介、”微細化 $Li_{1.2}Cr_{0.4}Mn_{0.4}O_2$ の熱処理による結晶子サイズ変化が Li イオン電池特性に与える影響”、第 64 回電池討論会(大阪)、令和 5 年 11 月 28 日

-
- 受付番号 : C23P0027 (名古屋大)
 - 受理日 : 2024 年 3 月 13 日
 - 受付担当者 : 武藤、阿部