

# Mo K $\alpha_1$ 光学系を用いた 電池材料 Li(Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub>)PO<sub>4</sub> のリートベルト解析

## はじめに

リチウムイオン2次電池の正極材料の一つとして知られるオリビン型リチウム化合物は充放電時の熱安定性、化学的安定性などに優れており、また高価な遷移金属を使用しないため経済性も高く、次世代電池の正極材料として有望視されています。現在では他の金属を固溶、置換させることで電気特性の向上を図り、より高性能な正極材料の開発が行われています。

## 測定・解析例

オリビン型リチウム化合物Li(Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub>)PO<sub>4</sub>はFeサイトにMnを固溶させ、電気特性を向上させています。電気特性は結晶構造に依存するので、リートベルト法による結晶構造解析を行うことで、さまざまな知見を得ることができます。Li(Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub>)PO<sub>4</sub>はFeやMnを含むため、Cu線では試料に対する吸収が大きく、回折強度が得られずバックグラウンド高いデータになりますが、透過力が高く単色化されたMo線を用いることで質の高いデータを取得できます。図1に、単色化されたMo K $\alpha_1$ 特性X線を用いて得られたX線回折パターンと結晶構造解析結果を、図2には解析により得られた結晶構造モデル図と平均原子間距離を示します。これらの結果から、透過力が高く分解能に優れたMo K $\alpha_1$ 特性X線を用いることで、固溶によるわずかな原子間距離の変化も正確な解析が可能であることがわかります。

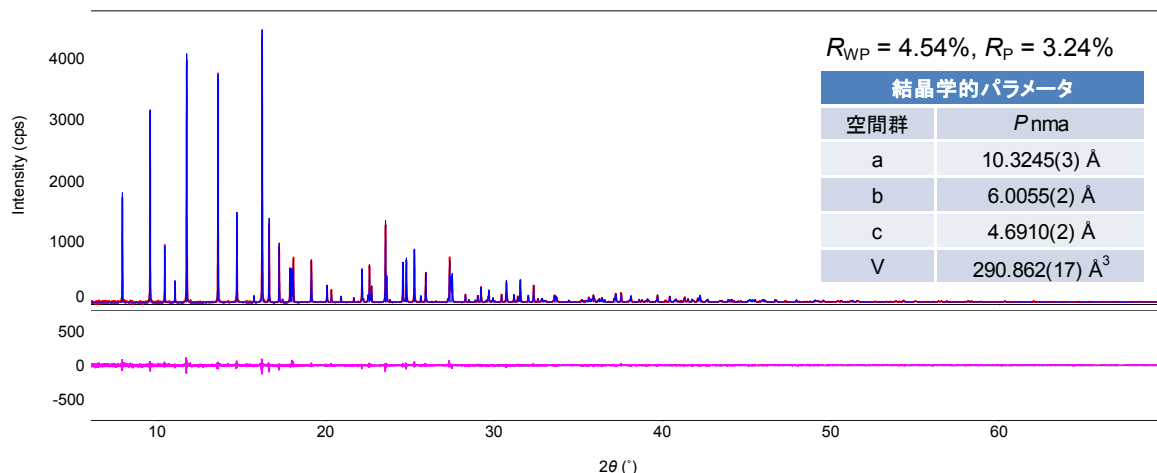
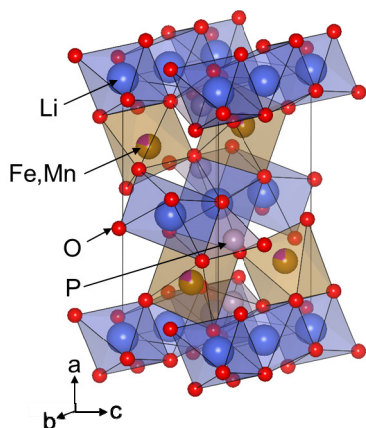


図1 オリビン型リチウム化合物 Li(Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub>)PO<sub>4</sub>のリートベルト解析結果



| 平均原子間距離 (Å)   |       |       |       |
|---|-------|-------|-------|
|   | Li-O  | Fe-O  | P-O   |
| FePO <sub>4</sub>                                     |       | 2.005 | 1.557 |
| LiFe <sub>0.8</sub> Mn <sub>0.2</sub> PO <sub>4</sub> | 2.147 | 2.119 | 1.543 |
| LiFePO <sub>4</sub>                                   | 2.149 | 2.179 | 1.540 |

| ラベル     | 分率座標       |           |           | 占有率       | 温度因子 B (Å <sup>2</sup> ) |
|---------|------------|-----------|-----------|-----------|--------------------------|
|         | x          | y         | z         |           |                          |
| Fe / Mn | 0.2825(2)  | 1/4       | 0.9740(8) | 0.8 / 0.2 | 0.82(1)                  |
| Li      | 0          | 0         | 0         | 1         | 1                        |
| P       | 0.09500(7) | 1/4       | 0.4184(2) | 1         | 0.91(2)                  |
| O1      | 0.0964(2)  | 1/4       | 0.7449(3) | 1         | 0.95(4)                  |
| O2      | 0.4556(2)  | 1/4       | 0.2058(3) | 1         | 0.86(4)                  |
| O3      | 0.1653(1)  | 0.0473(2) | 0.2858(2) | 1         | 0.80(3)                  |

図2 オリビン型リチウム化合物 Li(Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub>)PO<sub>4</sub>の結晶構造モデル図と平均原子間距離

## 推奨装置

▶ Mo K $\alpha_1$ 光学系 + 高速1次元検出器 D/teX Ultra HE

▶ 統合粉末X線解析ソフトウェア PDXL