


(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2015/6/25 承認者 Approver Kaoru Shibata 提出日 Date of Report 2015/6/25
課題番号 Project No. 2015A0080 実験課題名 Title of experiment 中性子準弾性散乱による Li イオン二次電池用負極炭素材表面 における電解液のダイナミクス解析 実験責任者名 Name of principal investigator 和泉 篤士 所属 Affiliation 住友ベークライト株式会社	装置責任者 Name of Instrument scientist 柴田 薫 装置名 Name of Instrument/(BL No.) DNA/(BL02) 実施日 Date of Experiment 2015/04/29~30

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.

<p>1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ h-EC/d-DEC : 炭酸エチレン-h₄/炭酸ジエチル-d₁₀ = 1/1 (v/v)混合液 (※電解液) ・ Hard carbon-A : フェノール樹脂製ハードカーボン粉末 ・ Hard carbon-B : フェノール樹脂製ハードカーボン粉末 ・ Hard carbon-A + 2 wt% h-EC/d-DEC ・ Hard carbon-B + 2 wt% h-EC/d-DEC <p>ここで、Li イオン電池負極用炭素材としての充電容量は、Hard carbon-A >> Hard carbon-B の順である。電池特性に影響すると推定される EC のダイナミクスを解析するため、電解液には EC を H 体、DEC を D 体とした混合溶媒を用いた。</p>

<p>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。)</p> <p>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.</p> <p>電解液は、棒状アルミスペーサを用いて試料厚みが 0.5 mm になるように円筒アルミセルにヘリウム雰囲気下で封入した。炭素材および炭素材に電解液を 2 wt% 混合した粉末試料は、約 2 g をアルミホイールで包み、円筒アルミセルにヘリウム雰囲気下で封入した。QENS 測定はエネルギー分解能 3.5 μeV、温度 296 K で実施した。</p> <p>Fig. 1 に Hard carbon-A および h-EC/d-DEC の QENS スペクトルを示す。Hard carbon-A は $\Delta E = 0.0$ meV において、$Q = 0.1\text{--}0.2 \text{ \AA}^{-1}$ に非常に強い散乱を示した。これはハードカーボンに特徴的な空孔構造に由来する干渉性小角散乱によるものと推定される[1]。h-EC/d-DEC においては、$Q = 0.1\text{--}0.5 \text{ \AA}^{-1}$ に EC のダイナミクスを示す明瞭な準弾性散乱の拡がり観測された。炭素材の小角散乱の影響が少なくかつ h-EC の準弾性散乱が観測される領域である $Q = 0.475 \text{ \AA}^{-1}$ について解析した結果を Fig.2 に示す。なお、Hard carbon-B の QENS は実験中に発生した中性子源の冷却水系トラブルにより取得できなかったため、Hard carbon-A のデータを用いて解析を行った。</p>

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

得られた炭素材+電解液の QENS スペクトルは、Hard carbon-A と Hard carbon-B とともに、任意の係数を掛けた Hard carbon-A および h-EC/d-DEC の和によってフィッティング可能であった。これは、Hard carbon-A および Hard carbon-B 表面近傍の EC はバルクの EC と同等のダイナミクスを有し、炭素材表面に拘束されていないことを示す結果であると推定される。すなわち、今回評価した炭素材の充電容量が異なる要因としては、炭素表面近傍に存在する EC のダイナミクスの影響は無視できると考えられる。

参考文献 [1] M. Nagao et al., J.Electrochem. Soc., 2006, 153, A914

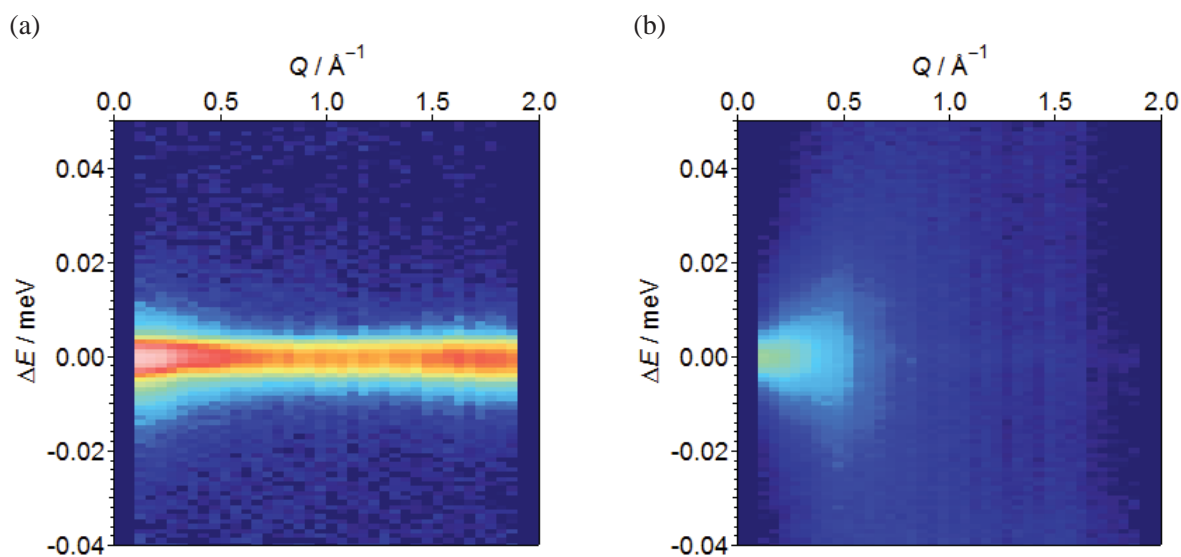


Fig. 1 2D-QENS spectra of (a) Hard carbon-A and (b) h-EC/d-DEC.

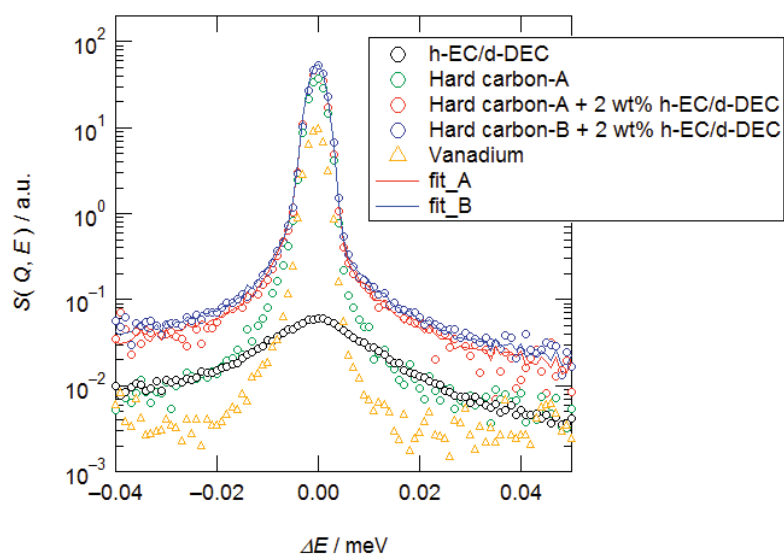


Fig. 2 QENS spectra at $q = 0.475 \text{ \AA}^{-1}$ and fitting results.