

# 理研NMR施設利用報告書

(トライアルユース)

13-500-038

平成 26 年 8 月 18 日

利用機関名	ソニー株式会社	
実施部署名	先端マテリアル研究所材料解析センター	
実施責任者管理職名・氏名	統括課長 / 佐鳥浩太郎 (担当: 汲田英之)	
実施部署所在地	神奈川県厚木市旭町4-14-1 厚木テック105G	
利用課題名	リチウムイオン電池の性能向上に向けた材料開発	
利用目的・内容	高容量、高信頼性を併せ持つリチウムイオン二次電池を実現するための材料開発を行う。ここでは、正極、負極合材の固体NMRスペクトルを測定することで、リチウムイオン二次電池の電極組成や充放電機構を明らかにし、高容量化や信頼性改善指針を得る。	
利用実施時期及び期間	平成 25 年 10 月 15 日～平成 26 年 5 月 7 日  当初計画どおり・当初計画変更  (変更理由)	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	利用装置① ・ ( )600MHz、(○)700MHz、( )800MHz、( )900MHz 利用期間1: 平成 25 年 10 月 15 日 ~ 平成 25 年 10 月 17 日 利用期間2: 平成 25 年 11 月 26 日 ~ 平成 25 年 12 月 2 日 利用期間3: 平成 26 年 2 月 3 日 ~ 平成 26 年 2 月 10 日 利用期間4: 平成 26 年 4 月 23 日 ~ 平成 26 年 5 月 7 日
利用満足度 (複数選択不可)	(○)大いに満足、( )ほぼ満足、( )やや不満、 ( )大いに不満	

成果の概要	実施内容	<p>今回のトライアル利用では、貴所にて共用開始予定であった超高速 MAS プローブを使用して、常磁性の遷移金属イオンを含む正極材料の固体 <math>^7\text{Li}</math> NMR スペクトルを測定する計画であったが、プローブの供用開始時期が4月以降にずれ込んだため、代替サンプルにて以下の2つの課題に関する実験を行った。</p> <p>① 体電解質の構造解析</p> <p>イオン伝導率の高い固体電解質の開発に向けて、いくつかの組成比、合成条件の異なる固体電解質サンプルにおいて、<math>^7\text{Li}</math> 核等の多核固体 NMR 測定を行い、構造評価を行った。</p> <p>②次世代 Li イオン2次電池の正極合材の <math>^7\text{Li}</math>-NMR スペクトル測定</p> <p>次世代 Li イオン2次電池の正極開発に向けて、正極活物質とそのカーボン複合体の <math>^7\text{Li}</math>-NMR スペクトルの測定を行い、担持体としてのカーボンの共存の影響を評価した。</p>
	本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較	<p>①<math>^7\text{Li}</math> 核等の多核固体 NMR スペクトルから各原子における局所構造や結晶性に関する情報が得られ、他の構造解析手段のデータや電気化学的性質との関係性を考察した。その結果、微小な構造や結晶性の変化が本材料の電気化学的性質と密接に関係しているとの結果を得ることができた。</p> <p>②活物質に含まれる Li イオンと帰属されるシグナルが確認でき、これは担持体カーボンの共存下においても、全くその化学シフト値に影響を受けないことが明らかになった。これは、今後の本電池の <math>^7\text{Li}</math>-NMR による評価において、ベースとなる重要な知見になる。</p>
	今後の展開、課題	<p>①本材料の構造と電気化学的性質の相関について、更なる一般性を論じるため、より多くのサンプルの測定を行い、データを収集する。</p> <p>②ここで得られた知見を基に、充放電時の電極材料に関しても同様に <math>^7\text{Li}</math>-NMR による評価を行い、本電池の充放電機構を明らかにして行く。</p> <p>両実験の結果から、今後の Li イオン2次電池の開発指針を明らかにし、高容量、高信頼性を併せ持つリチウムイオン二次電池を実現する。</p>

社会・経済への波及効果の見通し	モバイル製品から EV まで、リチウムイオン二次電池はあらゆる用途において、高出力化、低コスト化、安全性の向上、長寿命化が要求されるが、本実験はこれらの要求に答えるべく遂行されている。
成果公開延期の希望の有無	( ) あり : ( O ) なし 「あり」の場合理由 :
理研 NMR 施設利用における感想	外部利用において、700 MHz の強磁場装置が 1 週間にわたり占有できたことは、非常に貴重な機会であったと実感しています。今後も、高磁場の固体 NMR 装置の需要は高まっていくと思われますので、更なる装置の拡充を希望します。
利用周辺環境に関する希望	酸素や湿気と反応してしまう粉末サンプルの取り扱い ( サンプルローターへの充填等 ) のためのグローブボックス ( Dry N <sub>2</sub> , Ar 雰囲気 ) の設置を希望します ( リチウムイオン電池の電極サンプルのほとんどは酸素や湿気と反応します ) 。
今後の利用形態の予定	( O ) 再度本事業への申請を考えている。 ( ) 成果の非公開を前提とした「外部利用」( 有料 ) を考えている。 ( ) その他理研との共同研究等を考えている。 具体的に :  ( ) 未定
今後期待するその他のサービス	( O ) NMR 装置利用の教育 ( これまで NMR を使用した経験の無い方に対する教育も含む ) ( ) NMR 装置利用の技術的なサポート ( O ) その他 具体的に 固体 NMR 装置の更なる拡充と固体 NMR の専門的な測定技術の指導を希望します。
文部科学省の共用ナビゲーションサイト ( 研究施設共用総合ナビゲーションサイト ) に対する感想・改善について	( <a href="http://kyoyonavi.mext.go.jp/">http://kyoyonavi.mext.go.jp/</a> ) ( ) 見た : ( O ) 見ていない 感想等 :

その他	(上記の項目以外でご意見等お願いします。) 特になし。
-----	--------------------------------

本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。また、別途開催予定の成果報告会・シンポジウムや委託事業報告書作成時において、本報告書の内容についての資料作成または発表をお願いする場合があります。