

様式 8

論文内容要旨

報告番号	甲 先 第 389 号	氏 名	井内 裕敏
学位論文題目	チタン酸塩/カーボン複合材料の簡易調製法確立とその性能評価に関する研究		
<u>内容要旨</u>			

第1章では、本学位論文の背景、位置付け、ならびに目的について俯瞰的に、第5章では各章の結果を総括し結論として、それぞれ論述した。

第2章では、レゾルシノールーホルムアルデヒド(RF)ゲルを用いたチタン酸塩の形態制御を目的として、纖維状チタン酸塩調製におけるRFゲル添加効果について結果を述べた。本研究では、RFゲルの特徴である3次元ポリマーネットワークで透明ゲルを構成する性質を利用した。その3次元ネットワークが構成する空間はゲル全体に均一に展開され、かつ、微小空間であることから反応場として非常に適している。RFゲル原料と酸化チタン微粒子、さらにチタン酸塩の原料となる金属源を同時に混合することで、その反応場に酸化チタン粒子と溶解した金属源が均一ゲルを調製した。その原料を熱処理することで、チタン酸塩纖維を調製した。この特殊な装置を使用する必要のないワンステップ調製法により簡便にムラのない長纖維の合成に成功した。条件を制御することにより、長さが2 μm を超える非常に長いチタン酸カリウム纖維が得られた。この纖維生成には、RFゲルの寄与が大きく、RFゲルを添加しない場合には均一纖維は得られなかつた。以上のことから、RFゲルが均一な纖維形成に重要な役割を果たしていることを明らかとした。

第3章では、第2章に続きチタン酸塩の形態制御を目的として、チタン酸塩ナノ粒子調製についてまとめた。前述と同様にRFゲルの3次元ポリマーネットワークの反応場を利用し、RFゲル原料と酸化チタンナノ粒子、さらにチタン酸塩の原料となる各種アルカリ源(Li, Na, K, Ba)を均一分散した状態で熱処理することにより、 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ (LTO), $\text{Na}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$, $\text{K}_3\text{Ti}_8\text{O}_{17}$, BaTiO_3 などのチタン酸塩とRFカーボンの複合材料を調製した。調製したチタン酸塩/カーボン複合材料は、1次粒子が50 nm以下のチタン酸塩のナノ粒子と、その表面をRFカーボンが被覆している様子が観察できた。RFゲルを添加しない場合には、チタン酸リチウムとチタン酸バリウムは、ともに100 nm以上に粒子成長し、ナノ粒子は得られなかつた。以上より、RFゲルを用いることで、高温焼成下においても粒子成長を抑制し、純度の高いチタン酸塩ナノ粒子の調製に成功した。

第4章では、第3章で調製したナノ粒子のLTO/カーボン複合材料のリチウムイオン電池の負極材料としての性能について検討した内容を論述した。電池特性を評価した結果、容量は0.1 Cで161 mAh/g、25 Cでも90 mAh/gの容量を維持しており、市販のLTOと比較して優れた高速充放電性能を示した。RFゲルを添加しない場合は、ナノサイズのLTOが得られず、電池性能はRFカーボンと複合化したものと比べて高速充放電性能の明確な違いが見られた。RFゲルは、適切な反応場を生成し粒子の成長を防ぐ効果が見られ、LTOの一次粒子サイズを制御する上で重要であることを明らかとし、ナノ粒子LTO/カーボン複合材料の簡易な調製手法の確立に成功した。