



スピネル酸化物の昇温過程での構造変化追跡

小林弘明
東北大学

キーワード：スピネル酸化物, NiMn_2O_4 , 電極触媒, 蓄電池

1. 背景と研究目的

スピネル酸化物は蓄電池・電極触媒・酸化反応触媒などへの応用が期待されている。上記の反応は遷移金属レドックスが密接に関与しており、スピネル酸化物のレドックス反応の容易さが活性に影響することが予想される。 NiMn_2O_4 スピネルは 1000°C 以下の低温領域で酸素吸着・脱離によるレドックス挙動を示すことが知られており^[1]、本実験では昇温過程の構造変化を *in-situ* で追跡した。

2. 実験内容

NiMn_2O_4 スピネルはアルコール還元法により合成した。塩化ニッケルのメタノール-1,2-ジメトキシエタン溶液に過マンガン酸テトラブチルアンモニウムを加え室温で1時間攪拌後、濾過、洗浄、乾燥により試料を得た。放射光 X 線回折測定は試料を石英キャピラリーに充填し、設定温度で1分間保持後測定を行った。測定波長は 0.775 \AA (16 keV)とした。

3. 結果および考察

Fig. 1 に昇温過程での NiMn_2O_4 スピネルの XRD パターンを示す。室温~ 200°C では XRD パターンに大きな変化は見られなかった。 $200\sim 300^\circ\text{C}$ では 9° 付近の 111 反射ピーク強度の減少が確認され、構造変化が示唆されたが、 $10\sim 11^\circ$ 付近に見られる石英のバックグラウンドが 111 反射ピークにオーバーラップするため、詳細な解析は困難である。 400°C では $\text{NiMnO}_3 + \text{Mn}_2\text{O}_3$ に帰属されるシャープなピークが観察され、Mn の酸化による構造変化が進行したことが示唆された。

参考文献

1. X.-X. Tang, A. Manthiram, J. B. Goodenough, *J. Less Common Metals* **156**, 357-368 (1989).

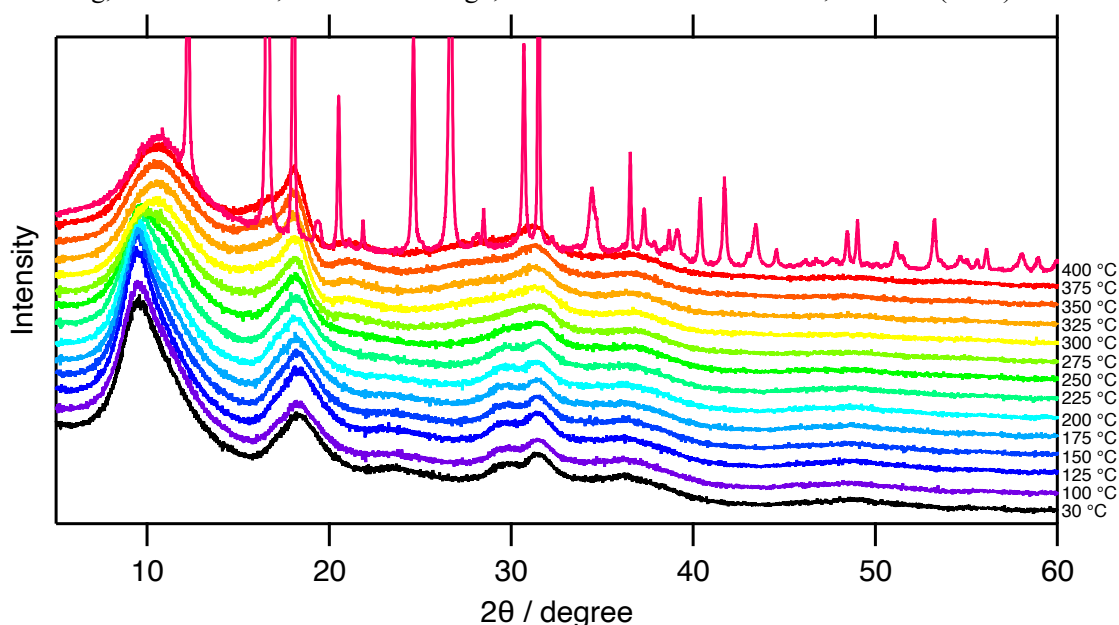


Fig.1 NiMn_2O_4 スピネルの昇温過程での XRD パターン