

リチウムイオン二次電池用電解液中 六ふっ化りん酸イオンの分析

Analysis of Hexafluorophosphate Ion in Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery

アプリケーションニュースNo.L403ではリチウムイオン二次電池に使用される電解液溶媒の分析例をご紹介しましたが、今回は電解質の分析を検討しました。

電解質には非水系溶媒中で解離し、正極・負極で生じる酸化・還元雰囲気能耐れる物質が望まれ、代表的な

ものに六ふっ化りん酸リチウムがあります。

ここでは、HPLCによるリチウムイオン二次電池用電解液中の六ふっ化りん酸イオンの分析例をご紹介します。

K. Tanaka

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

六ふっ化りん酸リチウムは、加水分解を受ける性質を持っています。

ここでは、六ふっ化りん酸リチウムの加水分解を抑制するために、非水系溶離液として硝酸リチウムのメタノール溶液を用いました。分析カラムには、陰イオン交換の働きを持つアミノカラムを用い、間接紫外吸収検出法(246 nm)により検出しました。Fig. 1に六ふっ化りん酸イオン標準溶液(500 mg/L)のクロマトグラムを、Table 1にその分析条件を示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Phenomenex Luna 3 μ m NH2 100 (150 mm L. \times 4.6 mm I.D., 3 μ m)
Mobile Phase	: 50 mmol/L LiNO ₃ in Methanol
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 20 μ L
Detection	: SPD-20A at 246 nm (Indirect absorption)

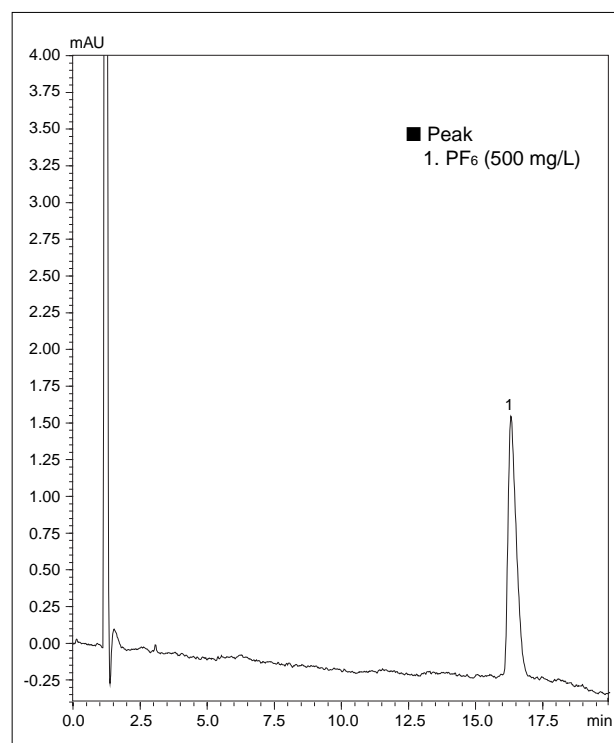


Fig.1 六ふっ化りん酸イオンのクロマトグラム
Chromatogram of Hexafluorophosphate Ion

直線性

Linearity

Fig. 2に標準溶液50～500 mg/Lの検量線を示します。
 寄与率 (R^2) 0.9999以上と良好な直線性が得られました。

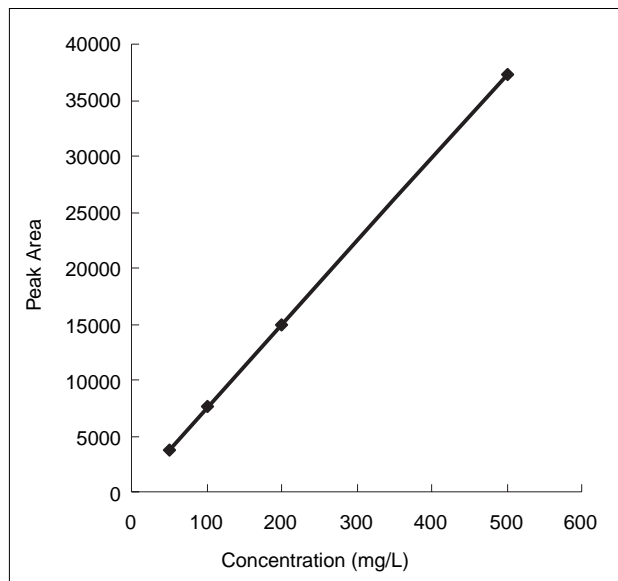


Fig. 2 直線性
Linearity

再現性

Repeatability

Table 2に標準溶液100 mg/L を分析した際の保持時間と
 ピーク面積の相対標準偏差 ($n=6$) を示します。

Table 2 保持時間およびピーク面積の再現性
 Repeatability of Retention Time and Peak Area

	Retention Time	Peak Area
1 st	16.55	7580
2 nd	16.54	7279
3 rd	16.54	7353
4 th	16.53	7594
5 th	16.53	7030
6 th	16.54	7327
CV(%)	0.06	2.85

リチウムイオン二次電池用電解液の分析

Analysis of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery

Fig. 3,4に市販リチウムイオン二次電池から取り出した
 電解液の分析例を示します。試料はメタノールで500倍に

希釈し、メンブランフィルターでろ過後、HPLCに注入
 しました。

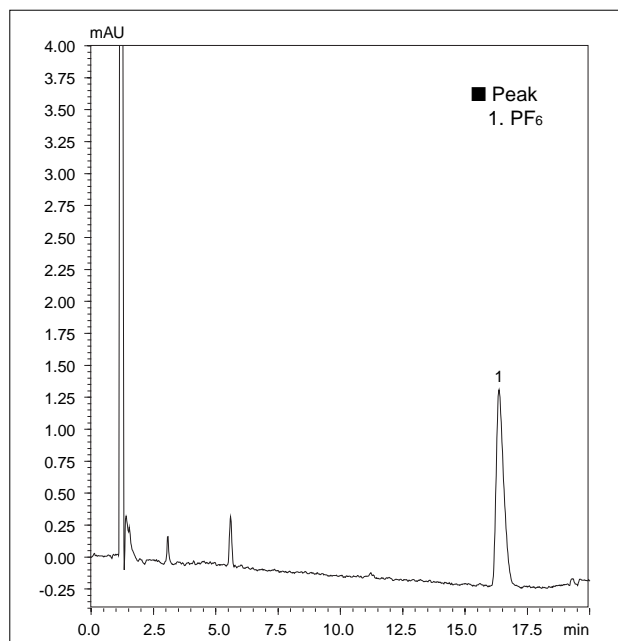


Fig.3 リチウムイオン二次電池用電解液Aのクロマトグラム
 Chromatogram of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery A

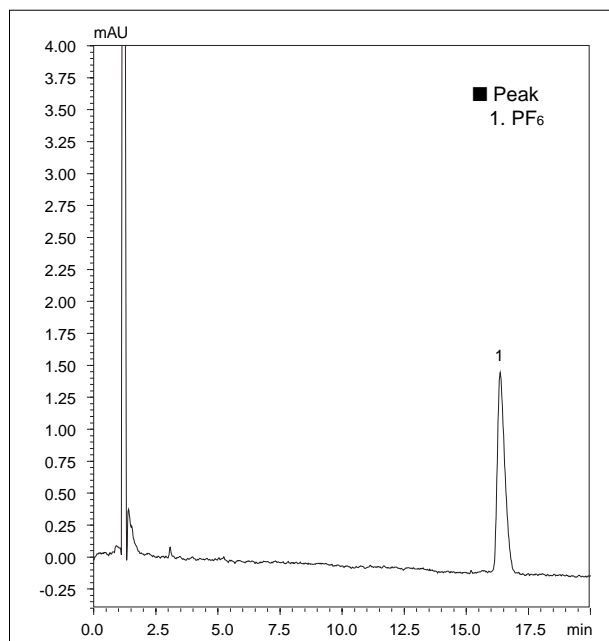


Fig. 4 リチウムイオン二次電池用電解液Bのクロマトグラム
 Chromatogram of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery B

[参考文献] T. Okada : J Chromatogr A., 758 (1997) 19-28

島津製作所 分析計測事業部
 応用技術部

島津分析コールセンター

初版発行：2010年4月
 A改訂版発行：2010年12月

● ☎ 0120-131691(携帯電話不可)
 ● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
 会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。