

イオンクロマトグラフィーによる 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 by Ion Chromatography

六ふっ化りん酸リチウムは、リチウムイオン二次電池用電解液に用いられる代表的な電解質です。

ここでは、島津サブレッサーイオンクロマトグラフ

“Prominence HIC-SP”を用いた、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例をご紹介します。

K. Tanaka

■標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig. 1に、六ふっ化りん酸イオン標準溶液 (100 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。

六ふっ化りん酸イオンは、“Prominence HIC-SP”の標準分析カラムである“Shim-pack IC-SA2”では非常に保持が強いため、そのガードカラムである“Shim-pack IC-SA2(G)”を用いました。また、標準溶液については、取り扱いの難しい六ふっ化りん酸リチウムの代わりに、六ふっ化りん酸カリウムを精製水に溶解して調製しました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA2(G) (10 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L NaHCO ₃ , 0.6 mmol/L Na ₂ CO ₃
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 10 μL
Column Temp.	: 30 °C
Detection	: CDD-10A _{SP} (Suppressor)

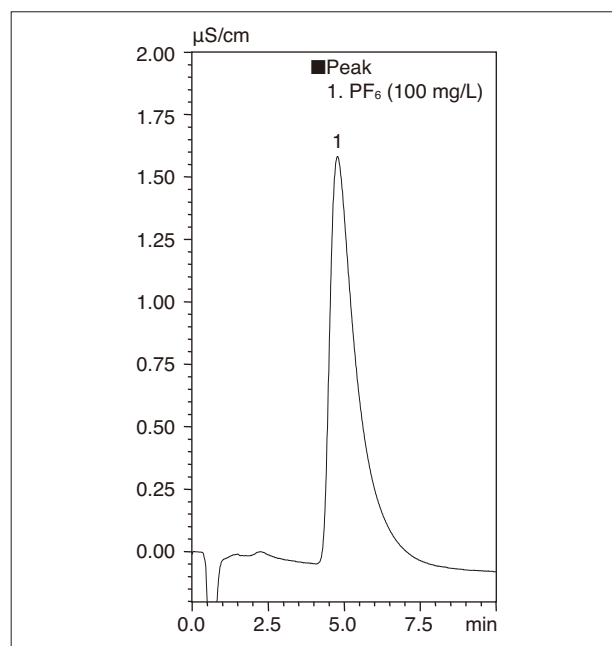


Fig. 1 六ふっ化りん酸イオンのクロマトグラム
Chromatogram of Hexafluorophosphate Ion

■直線性

Linearity

Fig. 2に、六ふっ化りん酸イオン標準溶液 2.5~250 mg/Lの検量線を示します。寄与率 (R^2) 0.999以上の良好な直線性が得られました。

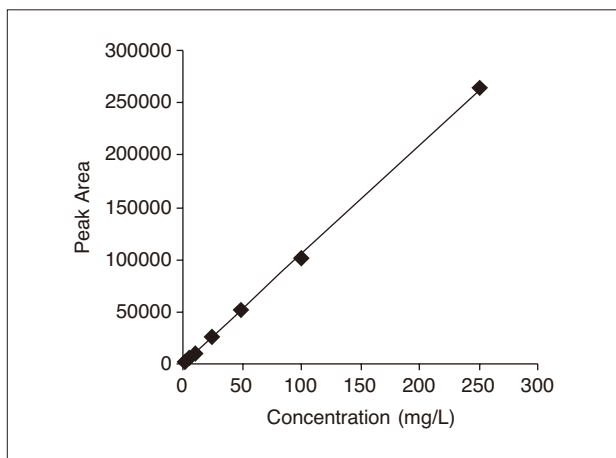


Fig. 2 直線性
Linearity

■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。保持時間およびピーク面積ともに良好な再現性が得られました。

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	4.78	102135
2 nd	4.78	102422
3 rd	4.79	100941
4 th	4.77	103548
5 th	4.77	101649
6 th	4.77	102475
%RSD	0.16	0.86

■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に、市販リチウムイオン二次電池用電解液のクロマトグラムを示します。電解液は精製水で1000倍に希釈し、メンブランフィルターでろ過後、分析を行いました。

Table 3に、定量結果を示します。使用したリチウムイオン二次電池用電解液の表示値「1 mol/L」に対し、今回の分析条件により定量値「1.00 mol/L」(144.6 mg/L) が得られました。六ふっ化りん酸リチウムは加水分解性を持ちますが、本条件下では十分な定量結果が得られることを確認しました。

Table 3 定量値
Quantitative Value

	表示値	分析値
LiPF ₆ 濃度	1 mol/L	1.00 mol/L

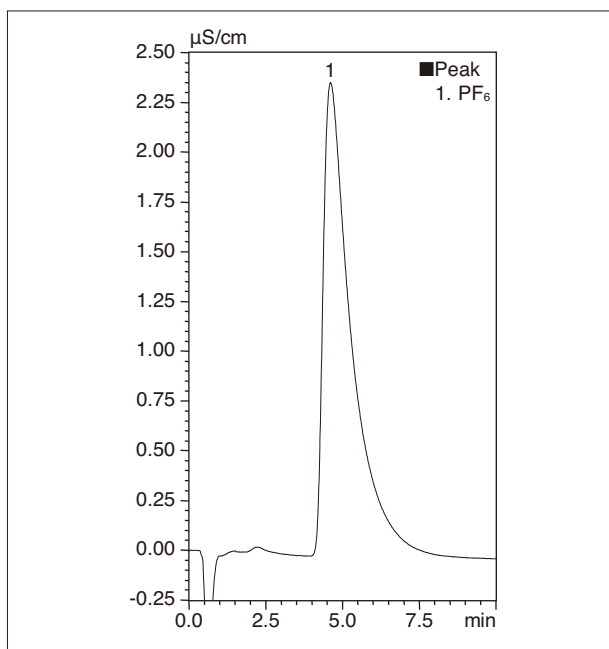


Fig. 3 リチウムイオン二次電池用電解液のクロマトグラム
Chromatogram of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery

[参考文献]

K.Tasaki, K.Kanda, S.Nakamura, M.Ue : Journal of The Electrochemical Society, 150 (12) A1628-A1636 (2003)

初版発行：2011年1月

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

☎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。