

リチウムイオン電池用電極材料の分析

Anion Analysis in Electrode Materials for Lithium Ion Battery

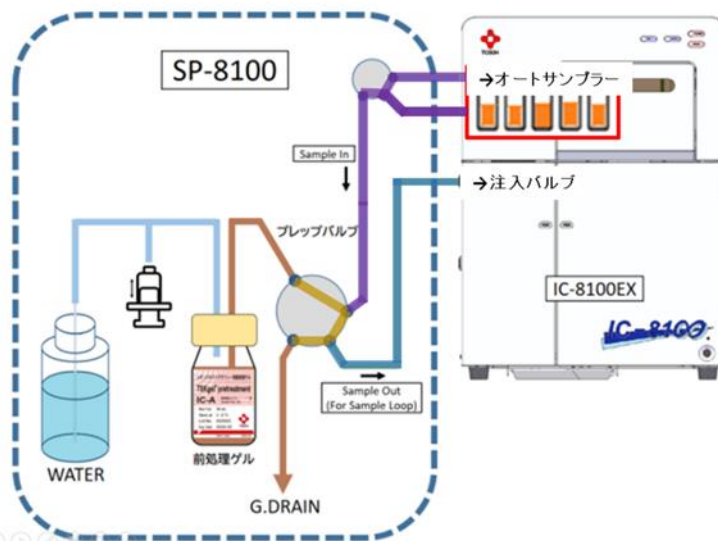
リチウムイオン電池は、2次電池として広く普及しています。その電極の材料である炭酸リチウムや水酸化リチウムの品質管理として、無機イオン類の分析が実施されています。

本報では、東ソーイオンクロマトグラフ IC-8100EX を使用した電極原料中の陰イオン測定例を紹介します。

システム構成図を図1に示します。今回の分析では、自動前処理ユニット SP-8100 を組み合わせて測定を行いました。測定条件を表1に示します。SP-8100 では前処理ゲル(H型陽イオン交換樹脂)を用いた前処理が可能であり、水酸化リチウムのようなアルカリ溶液試料を中和処理して注入することで、正常なクロマトグラムを得ることができます。

表1 陰イオン測定条件

測定モード	: サプレスアニオンモード
分析カラム	: TSKgel SuperIC-Anion HS
ガードカラム	: TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS
溶離液	: 7.5 mmol/L NaHCO ₃ + 0.8 mmol/L Na ₂ CO ₃
前処理ゲル	: TSKgel pretreatment IC-A
サプレッサーゲル	: TSKgel suppress IC-A
流速	: 1.5 mL/min
検出	: 電気伝導度
カラム温度	: 40 °C
注入量	: 30 µL
試料	: 水酸化リチウム(アミノ酸分析用) 塩化物イオン、硫酸イオン(イオンクロマト用標準液) * 試料は富士フイルム和光純薬製

自動前処理ユニット
SP-8100

試料は前処理ゲルが充填されたプレップバルブを通過し、注入バルブ内のサンプルループへ導入されます。

図1 システム構成図

市販水酸化リチウムに採用されている下記の検査規格への適用を目標に検討を行いました。

	固形分中の濃度	1 mol/L 水溶液中の濃度
Cl イオン	0.005 %以下	1.2 mg/L 以下
SO ₄ イオン	0.01 %以下	2.4 mg/L 以下

1.0 mol/L に調製した水酸化リチウム水溶液に標準陰イオン 5 種を添加した試料を用い、SP-8100 での前処理の有無により得られたクロマトグラムの比較を図 2 に示します。前処理無しでは、高濃度 Li イオンや水酸化物イオンの影響により正常なクロマトグラムが得られませんが、中和による前処理により正常なクロマトグラムを得ることができました。品質管理項

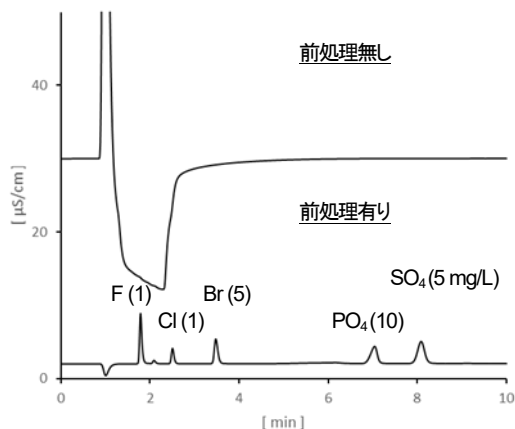


図 2 SP-8100 による前処理有無の比較

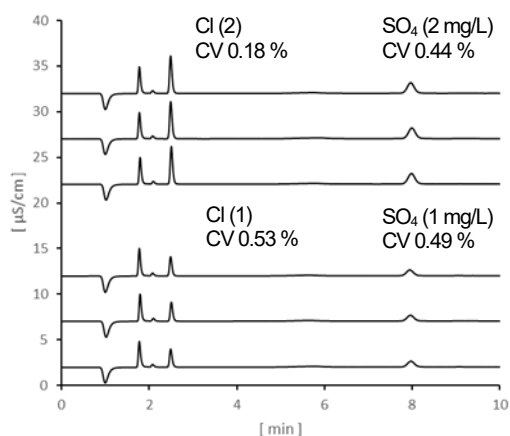


図 3 測定再現性 (n=3, ピーク面積 CV 値)

目である Cl イオンと SO₄ イオンを添加した 1.0 mol/L 水酸化リチウム水溶液の測定再現性を図 3 に示します。各イオン 0.01~10 mg/L の検量線を図 4, S/N=10 により算出した定量下限値を表 2 に示します。良好な定量性および品質管理に十分な測定感度を確認しました。

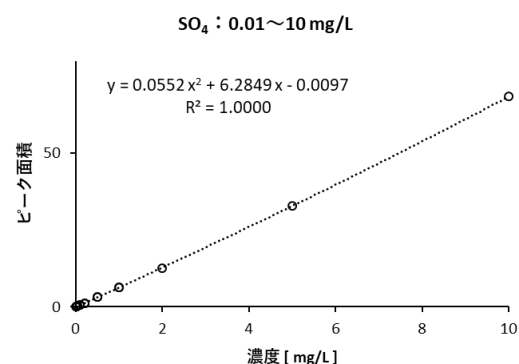
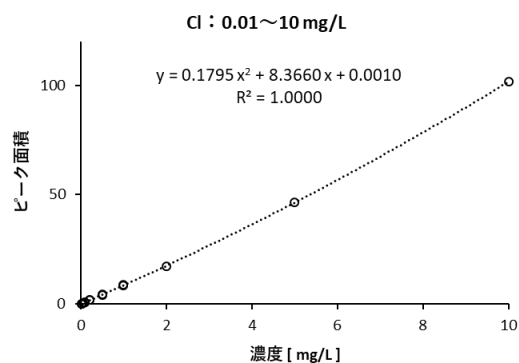


図 4 検量線

表 2 定量下限値

	mg/L, S/N=10
Cl	0.006
SO ₄	0.024

さらに、標準試料を添加した 1 mol/L 水酸化リチウム水溶液を前処理し、添加回収率を算出しました。結果を右表に示しますが、良好な回収率が得られ、前処理法としての妥当性を確認しました。

SP-8100 を使用した前処理は、水酸化リチウム以外にも、各種アルカリ試料に対しても有効です。

	添加回収率		
添加濃度	1 mg/L	2 mg/L	10 mg/L
Cl イオン	96.8	95.2	98.0
SO ₄ イオン	98.7	96.4	97.7



※ “TSKgel”は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。