

アプリケーションノート

リチウムイオン電池用電解液の水分測定

関連業種	:	エネルギー
使用装置	:	カールフィッシャー水分計
測定手法	:	電量滴定法/直接法
関連規格	:	

1. 概要

リチウムイオン電池の電解液に含まれる電解質として、最もよく普及しているのがヘキサフルオロリン酸リチウム(LiPF₆)です。非水溶媒中において、ヘキサフルオロリン酸リチウムは微量水分と反応して加水分解され、フッ化水素酸を生成するため、電解液中に水分が存在すると劣化が促進されます。そのため、電池の長寿命化の検討や品質管理において、電解液の水分測定を行うことは重要です。

本アプリケーションでは、ヘキサフルオロリン酸リチウムを電解質とするリチウムイオン電池用電解液の水分測定例を紹介します。メタノールを主成分とする一般用の陽極液では、副反応による妨害と考えられる挙動が確認されました。そのため、本試験ではメタノールを含まない陽極液を使用しました。

2. 測定上の注意点

- ・有機溶剤を用いるため、カールフィッシャー水分計は局所排気装置内に設置してください。
- ・0.01mg の桁まで測定できる電子天秤の使用を推奨します。

3. 分析終了後の処置

測定終了後、試薬を排出せずに放置した場合、ヘキサフルオロリン酸リチウムの加水分解によって生じたフッ化水素酸によって、電極やフラスコの腐食や不溶物の析出が起こります。これを防ぐため、測定終了後は陽極液および陰極液を排出し、滴定フラスコ、双白金電極および電解電極をトルエン等によって洗浄してください。

4. 装置構成

本体: 電量滴定式カールフィッシャー水分計
電極: 双白金電極、2液型電解電極

5. 試薬

陽極液: ケムアクア陽極液 AKE
陰極液: ケムアクア陰極液 CGE

6. 分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに陽極液を約100mL充填します。
- 2) 電解電極内に陰極液を約5mL充填します。
- 3) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

—測定—

- 1) シリンジを用いて試料を採取し、質量を測定します。
- 2) 注射器用側栓より試料を投入し、水分測定を行います。
- 3) 試料投入後のシリンジの質量を測定します。
- 4) 試料投入前後のシリンジの質量差を試料採取量とします。

7. 計算式

$$\text{水分 (ppm)} = (\text{Data} - \text{Drift} \times t - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2}) \times F \times 1$$

Data	・・・総水分量(μg)
Drift	・・・初期ドリフト値($\mu\text{g/s}$)
Blank	・・・空試験値($0\mu\text{g}$)
t	・・・測定時間(s)
Wt1	・・・試料投入前のシリンジの質量(g)
Wt2	・・・試料投入後のシリンジの質量(g)
F	・・・ファクタ値(1.0)

8. 測定例

—装置の設定—

〈滴定パラメータ〉

滴定モード	: 水分
滴定開始遅延時間	: 0s
終点判断禁止時間	: 15s
滴定制限時間	: 0s
ドリフト停止モード	: 相対値
相対ドリフト値	: $0.1\mu\text{g/s}$

〈制御パラメータ〉

滴定セルタイプ	: 2液セル
安定判断値	: $0.1\mu\text{g/s}$
電解速度係数	: 5.0
電解モード	: 標準
終点電位	: 200mV
滴定開始モード	: 自動
データ採取時間	: 5s
スターラスピード	: 3

(上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

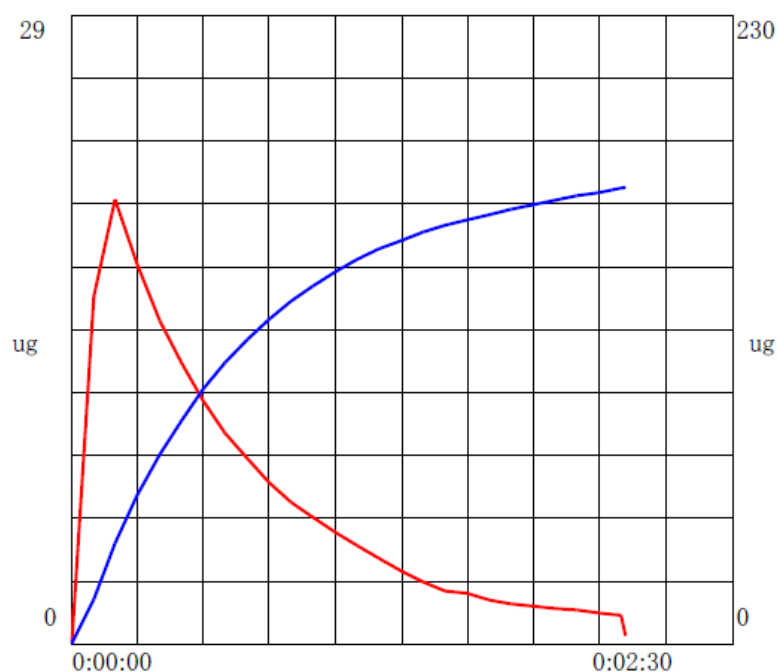


Table 1 リチウムイオン電池用電解液の水分測定結果

	採取量(g)	水分量(μ g)	水分濃度(ppm)
1	3.9166	144.1	36.79
2	3.7292	133.6	35.83
3	3.9114	146.1	37.35
平均	-	-	36.66
標準偏差	-	-	0.77
RSD(%)	-	-	2.11

9. まとめ

RSD 値は3%未満となり、良好な精度が得られました。電量滴定式水分計により、リチウムイオン電池用電解液の水分測定が可能です。