

リチウムイオン二次電池 電解液の成分分析、劣化試験後の組成変化、変性物定性 - NMR, GC/MS -

市販電池電解液の組成を定性定量した。さらに保存試験（満充電、80℃、2日間）による組成変化（添加剤消費）および生成した変性物を NMR、GC、GC/MS により確認した。

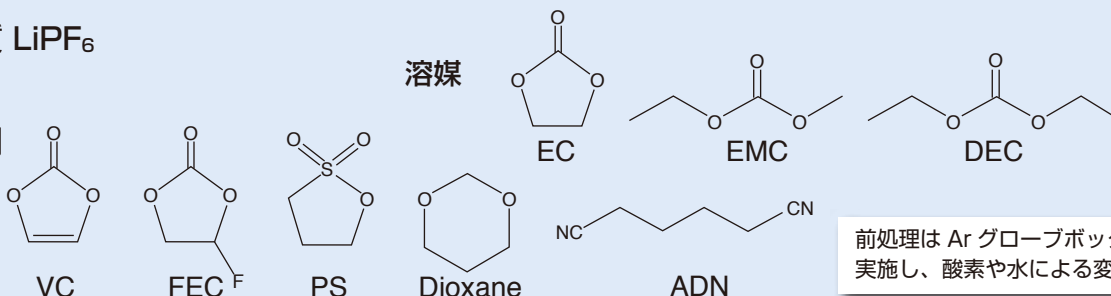
▶ 電解液成分分析(NMR)

The Component Analysis of Electrolyte by NMR

・ NMR (¹H-NMR、¹⁹F-NMR) と GC/MS 測定から、電解液成分は以下と同定

電解質 LiPF₆

添加剤



前処理は Ar グローブボックス中で実施し、酸素や水による変質を防止

▶ 試験前後の組成変化(NMR,GC)

The Component Change Analysis of Electrolyte after the Preservation test by NMR and Gas Chromatography(GC)

NMR

単位：wt% 定量：内標法

	LiPF ₆	PO ₂ F ₂ ⁻
試験前	14	0.01
試験後	12	0.07

¹⁹F-NMR では電解質や電解質と水が反応した際に発生する PO₂F₂⁻ の定量も可能である

GC

単位：wt% 定量：カーボネート類/絶対検量線、微量成分/EC換算定量

	EC	EMC	DEC	VC	FEC	PS	Dioxane	ADN
試験前	33	26	26	0.84	0.12	0.42	2.3	4.5
試験後	33	27	27	0.27	0.10	0.27	0.44	2.4

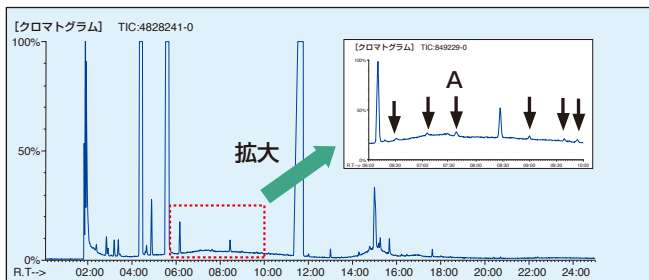
GC の定量結果から、保存試験後では添加剤の減少を確認

▶ 変性物定性(GC/MS)

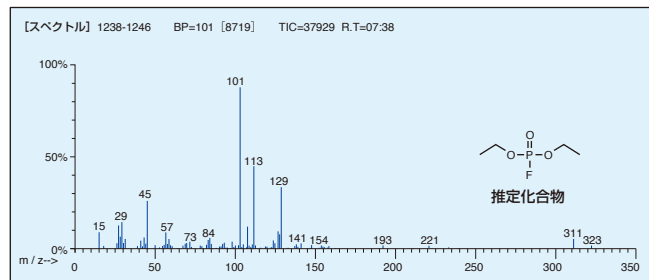
The Qualitative Analysis of decomposed and converted products of Electrolyte by GC Mass

GC/MS

トータルイオンカレントクロマトグラム



MS スペクトル



- ・ 保存試験後で複数の微小ピーク（矢印）を検出
- ・ その 1 つ（A 部）は電解質および電解液由来の変性物と思われるフルオロホスホン酸ジエチルと推定
- ・ GC/MS では微量変性物の推定も可能である