

シート No. **AQF2100H-IM-056** 無機

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによるリチウムイオン電池正極材料中のハロゲン・硫黄分析

対応機種 : AQF-2100H 高周波誘導加熱炉システム

検出方法 : イオンクロマトグラフィー

## はじめに

AQF-2100H 高周波誘導加熱炉システムは、自動試料燃焼装置 AQF-2100H に高周波誘導加熱炉を接続した燃焼システムで、1000 °C での有機物の燃焼や 1500 °C での無機物の分解を 1 台の装置で分析できます。また高周波誘導加熱炉は、昇降温時間が格段に短いため手軽に高温分析ができ、加熱温度を任意に変化させた分析が可能です。ここでは、AQF-2100H 高周波誘導加熱炉システムとイオンクロマトグラフ(IC)を組み合わせた燃焼イオンクロマトグラフィー(C-IC)により、リチウムイオン電池正極材料中のふっ素、塩素および硫黄量を高温下、助燃剤の添加なしで分析した例をご紹介します。

## 分析方法

燃焼イオンクロマトグラフィー

反応管にムライト二重管を用いて、試料をアルゴン(Ar)キャリアーガス中で、1100 °C ~ 1500 °C に加熱し熱分解後、酸素(O<sub>2</sub>)ガス中で燃焼させました。ここでは助燃剤の添加なしで分析しました。試料中のハロゲンはハロゲン化水素およびハロゲンガスとなり、硫黄は SO<sub>x</sub> となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

## 装置構成

自動試料燃焼装置 AQF-2100H、高周波誘導加熱炉 IH-500

## 試料名

市販リチウムニッケルマンガンコバルト酸化物(NMC111)

## 分析結果

1100 °C ~ 1500 °C で加熱時のふっ素、塩素および硫黄の分析値を図 1 に示しました。この結果より、硫黄分析値は 1300 °C 以上、ふっ素分析値は 1200 °C 以上で、ほぼ一定となることがわかりました。そこで、1500 °C で加熱測定したときの分析結果を表 1 に、クロマトグラムを図 2 に示しました。助燃剤の添加は系内の汚染や秤量が煩雑であること、また助燃剤由来のブランクを考慮する必要があるため、高周波誘導加熱炉を用いた助燃剤の添加なしでの分析には大きなメリットがあります。なお測定値は助燃剤添加で測定した AQF-2100H の測定値と同等でした。

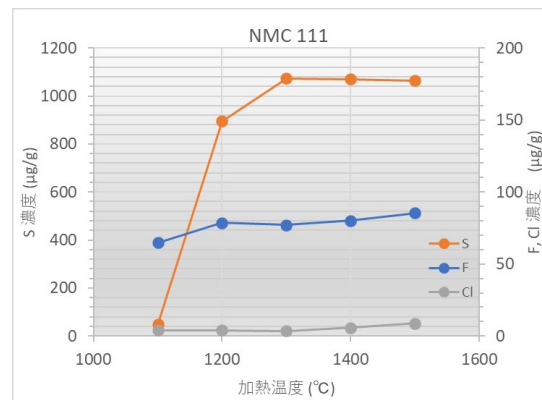


図 1 加熱温度に対する各成分の分析値

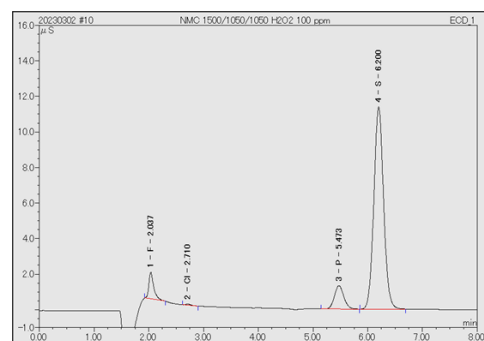


図 2 クロマトグラム

表 1 NMC111 の分析結果 (1500 °C)

試料名	測定回数	試料量	測定値 (µg/g)*		
		(mg)	F	Cl	S
NMC111	1	15.68	93	5.4	1090
	2	15.77	95	5.2	1092
	Ave		94	5.3	1091
	RSD		1.1	2.7	0.1

\*)測定値はブランク補正して記載