



Li 酸素電池放電生成物の X 線回折測定-4

長谷 陽子, 田中 瑞季

大阪大学基礎工学研究科附属太陽エネルギー化学研究センター

キーワード：過酸化リチウム

1. 背景と研究目的

Li 塩を含む非水電解液中で酸素還元反応を行うと、正極に用いたカーボン電極上に過酸化リチウム (Li_2O_2) が析出する。ジメチルスルホキシドを電解液溶媒に用いた場合に、Li 量が不飽和な析出物 ($\text{Li}_{2-x}\text{O}_2$, $x < 1$) が生成することを、これまでに明らかにしている^[1]。今回の実験では、異なる条件下で生成物が析出させた電極材料の粉末 X 線回折の測定を実施し、回折パターンの違いを検討した。

2. 実験内容

酸素還元反応を A-C の条件下で実施した。カーボン電極から電解液を除去して乾燥させた後、電極材を粉砕したサンプルを $\phi 0.7 \text{ mm}$ のキャピラリーチューブに充填した。また、ボロシリケートガラス、リンデマングラスの二種類のキャピラリーチューブを準備した。キャピラリーチューブをエポキシ系樹脂で封管した後、BL5S2 ビームラインにて粉末 X 線回折測定を実施した。

3. 結果および考察

実験条件 A-C で生成した析出物を含むカーボン電極材のカーボン電極材料の粉末 X 線回折データを比較した。Fig.1a は測定時間 1 時間で得られた 2θ 20–38 degree の範囲の X 線回折データを示す。今回検討した条件 B, C では Li_2O_2 に帰属される回折のピーク強度が弱かったことから、検出される Li_2O_2 の析出量が少ない条件であることが分かった。また、条件 A においては、 Li_2O_2 に帰属されない回折のピークが見られたことから、 Li_2O_2 以外の析出物の存在を確認した。

ボロシリケートガラス、リンデマングラスの二種類のキャピラリーチューブの粉末 X 線回折データを比較した。Fig.1c は測定時間 1 時間で得られた 2θ 5–95 degree の範囲の X 線回折データを示す。キャピラリーの素材の違いにより異なるバックグラウンドが得られることを確認した。これより、1 時間の長時間測定においても、測定したい試料により、キャピラリーの素材を選択する必要があることが示された。

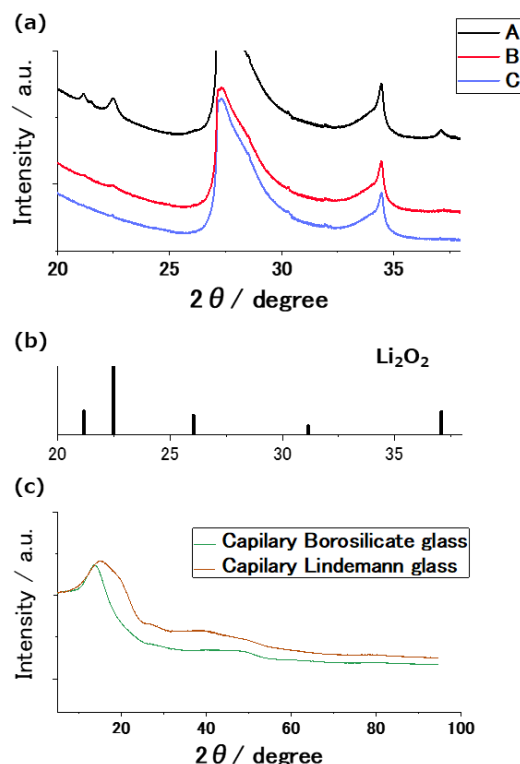


Fig. 1 (a)ボロシリケートガラス/リンデマングラスキャピラリー, (b) 条件A-C で得られた電極材料の粉末X線解析

4. 参考文献

- Hase, Y.; Uyama, T.; Nishioka, K.; Seki, J.; Morimoto, K.; Ogihara, N.; Mukouyama, Y.; Nakanishi, S., Positive Feedback Mechanism to Increase the Charging Voltage of $\text{Li}-\text{O}_2$ Batteries. *J Am. Chem. Soc.* **2022**.