



# Li 酸素電池放電生成物の X 線回折測定

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 ( $\text{Li}_2\text{O}_2$ ) 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<sup>1)</sup>。今回の実験では、異なる条件下で生成した析出物を用いて、粉末 X 線回折から結晶構造精密化による組成分析を行う際に十分な回折強度および S/N 比で測定データが取得できる測定条件を検討した。

## 2. 実験内容

酸素還元反応を条件 A、B 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。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、B で生成した析出物を含むカーボン電極材と、未使用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.1 は、測定時間 1 時間で得られた  $2\theta$  5–95 degree の範囲の X 線回折データを示す。今回検討した条件 A、B では生成物の析出量が少なかつたために、カーボン電極材料由来の回折よりもかなり強度が弱い回折データが得られた。 $\text{Li}_2\text{O}_2$  に帰属される 20-25 degree 付近のピーク強度と S/N 比は、結晶構造精密化を行う目的には十分であったことから、測定時間は 1 時間が適当であると考えられた。

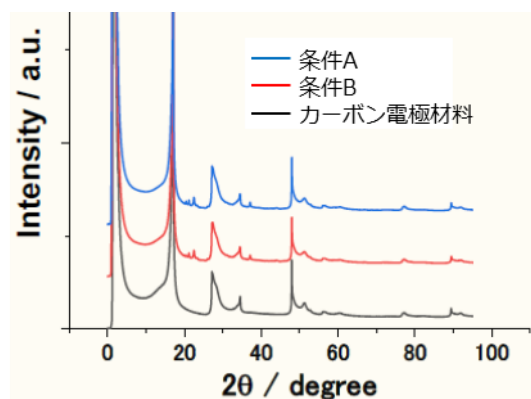


Fig. 1 条件A, Bおよびカーボン電極材料の粉末X線回折

## 4. 参考文献

1. 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 Li-O<sub>2</sub> Batteries. *J Am Chem Soc* **2022**.