

# 使用 FTIR 提高电池产量、性能和稳定性

## LiPF<sub>6</sub> 的降解及其对电池性能和安全性影响



### 作者

Wesam Alwan 和  
Fabian Zieschang  
安捷伦科技有限公司

### 前言

随着全球交通领域朝着电气化快速发展，电动汽车 (EV) 电池制造商在提高生产力、产品质量、性能和安全性方面，面临巨大压力。

这些挑战要求对使用前的各种原材料、生产过程中的加工材料和最终产品进行严格的质量控制 (QC)。众所周知，一些用于制造锂离子电池 (LIBs) 的材料具有高反应性。例如，六氟磷酸锂 (LiPF<sub>6</sub>) 是市售可充电 LIBs 的电解质中使用最广泛的盐，它反应性高，可分解成 LiF 和 PF<sub>5</sub>。当 PF<sub>5</sub> 暴露在潮湿环境中时，会与水反应形成 POF<sub>3</sub> 和氟化氢 (HF)，后者是一种剧毒、腐蚀性气体<sup>[1-4]</sup>。这些特性会带来极大的安全隐患，并且会加速电池的衰减，甚至导致失效。

FTIR 可对多种材料和物质进行快速、无损的化学指纹图谱分析。为了确保电池级  $\text{LiPF}_6$  在使用前的质量，可使用专为生产环境设计的可靠 FTIR 系统执行简单的 QA/QC 工作流程。

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪配备钻石衰减全反射 (ATR) 附件 (图 1)，可根据从原材料鉴定工作流程中获得的匹配质量指数 (HQI) 确保  $\text{LiPF}_6$  的完整性 (质量)。

HQI 值表示所测光谱与谱库谱图的匹配程度。在原材料鉴定和确认工作流程中，HQI 通常用作合格/不合格标准 (图 2)。使用 Agilent MicroLab FTIR 软件可以轻松创建、维护并管理谱库。



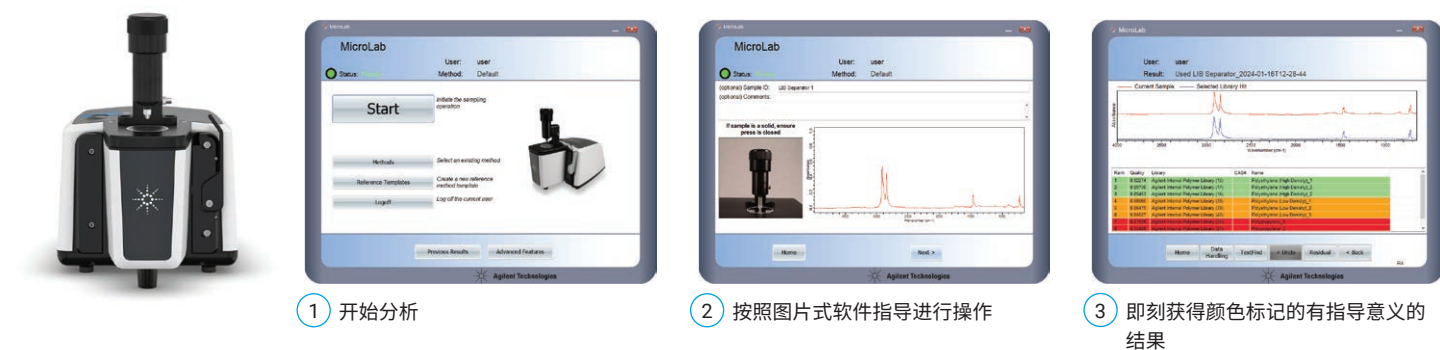
图 1. Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪采用超小巧、轻便的设计 (20 × 20 cm, 重 3.6 kg)，可以方便地在手套箱中使用，为湿敏性或危险化学品提供高质量结果

## 实验部分

为了展示该工作流程，使用表 1 中列出的参数通过 FTIR 测量在不同条件下保存和处理的三个  $\text{LiPF}_6$  样品。

表 1. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 操作参数

参数	设置
方法	谱库搜索
所用谱库	用户生成的 LIB 盐谱库
检索算法	相似度
光谱范围	4000–650 $\text{cm}^{-1}$
背景/样品扫描次数	32
光谱分辨率	4 $\text{cm}^{-1}$
背景校正	参考光谱库: 氩气 样品 1 和 2: 氩气 样品 3: 空气
补零因子	无
切趾函数	HappGenzel
相位校正	Mertz
不同颜色表示的置信度阈值	绿色 (高置信度): > 0.95 橙色 (中置信度): 0.90–0.95 红色 (低置信度): < 0.90



① 开始分析

② 按照图片式软件指导进行操作

③ 即刻获得颜色标记的有指导意义的结果

图 2. Agilent MicroLab FTIR 软件采用图形用户界面，减少了培训需求，并大幅降低了用户错误的风险

## 结果与讨论

样品 1（新瓶）和样品 2（八个月前打开）在手套箱中受控的无水条件下测量。两个样品均被鉴定为  $\text{LiPF}_6$ ，HQI 值分别为 0.99392 和 0.91365。

然而，样品 3（八个月前打开并在空气中测量）也被鉴定为  $\text{LiPF}_6$ ，但 HQI 为 0.79151（图 3）。样品 3 的 HQI 明显较低，表明盐在空气中可能发生降解，如在 10 分钟内以 2 分钟间隔采集的六个 FTIR 光谱的变化所示（图 4）。

三个  $\text{LiPF}_6$  样品获得的 HQI 值与其相应的储存或使用条件密切相关。带颜色标记的结果强调了打开的  $\text{LiPF}_6$  容器避免长期储存并且在干燥条件下处理盐的重要性。

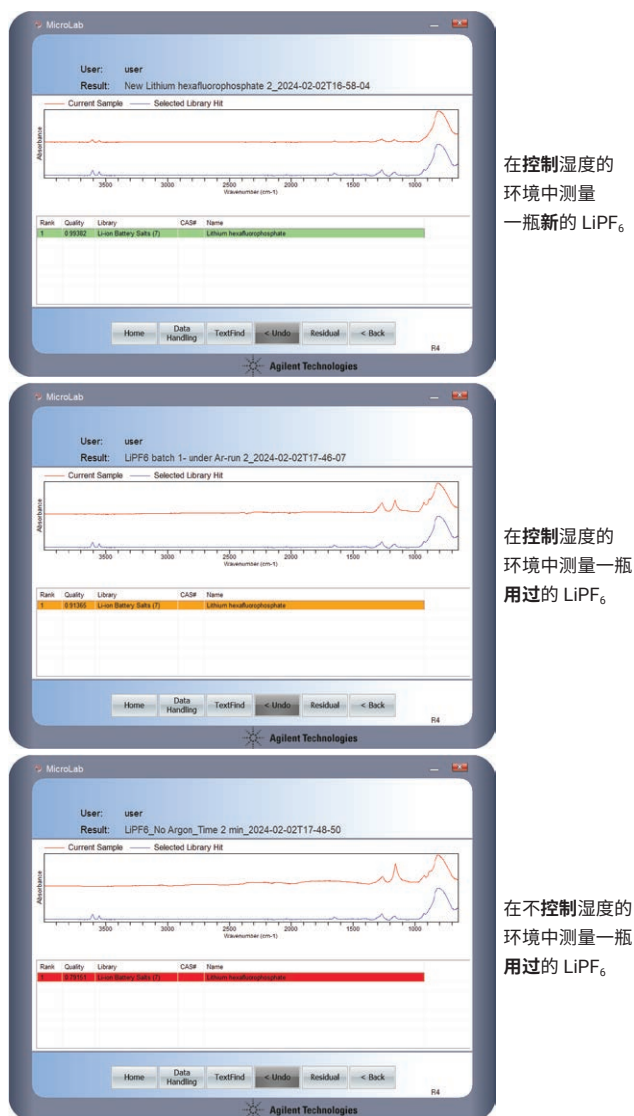


图 3. 不同实验室条件下分析三个  $\text{LiPF}_6$  样品的材料鉴定结果。样品（红色迹线）和谱库匹配结果（蓝色迹线）

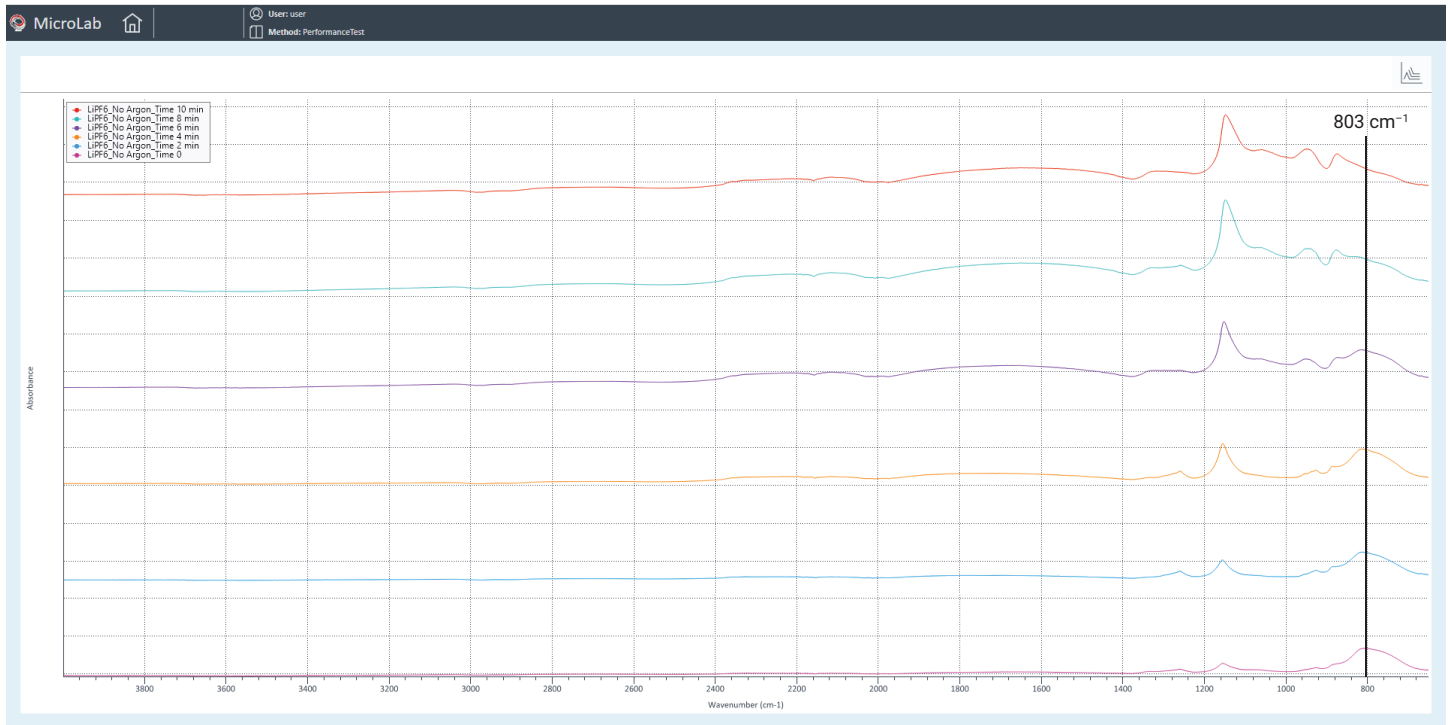


图 4. 在手套箱外使用 Agilent Cary 630 FTIR-ATR 在 0-10 分钟内以 2 分钟间隔监测 LIPF<sub>6</sub> 样品 3 的 FTIR 光谱。六幅谱图突出显示了 803 cm<sup>-1</sup> 附近的峰变化

## 结论

- Cary 630 FTIR 光谱仪和 MicroLab 软件可通过简单高效的质量检测工作流程评估  $\text{LiPF}_6$  的降解状态
- 带颜色标记的结果和合格/不合格标准可以轻松设定，从而在制造环境中快速做出明智决策
- Cary 630 FTIR 系统小巧、简单、易于使用且在不同环境条件下具有出色稳定性，是实验室台面使用和手套箱内使用的理想选择
- 该系统是在湿度受控环境中分析锂盐的理想选择
- Cary 630 FTIR 能够快速评估复杂盐类的质量和鉴定结果，因此对于生产 QC 环境和研发实验室而言都是非常有价值的工具

## 参考文献

1. Larsson, F.; *et al.* Toxic Fluoride Gas Emissions from Lithium-Ion Battery Fires. *Sci. Rep.* **2017**, *30*, 7(1), 10018
2. Han, J. Y.; Jung, S. Thermal Stability and the Effect of Water on Hydrogen Fluoride Generation in Lithium-Ion Battery Electrolytes Containing  $\text{LiPF}_6$ . *Batteries* **2022**, *8*(7), 61
3. Juba, B. W.; *et al.* Lessons Learned—Fluoride Exposure and Response, *Journal of Chemical Health and Safety* **2021**, *28*(2)
4. Kraft, V.; *et al.* Ion Chromatography Electrospray Ionization Mass Spectrometry Method Development and Investigation of Lithium Hexafluorophosphate-Based Organic Electrolytes and Their Thermal Decomposition Products. *J. Chromatogr. A* **2014**, *8*(1354) 92–100

## 更多信息

- Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪
- MicroLab FTIR 软件
- MicroLab Expert
- FTIR 分析和应用指南
- FTIR 光谱基本原理 — 常见问题解答
- ATR-FTIR 光谱概述

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com/chem/cary630](http://www.agilent.com/chem/cary630)

DE45928792

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2024  
2024 年 4 月 24 日, 中国出版  
5994-7172ZHCN