

FTIR 분광기를 이용한 리튬 이온 배터리 분리막 재료 식별

Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 이용한 미사용 및 사용된 분리막의 신속한 분석



저자

Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.

서론

리튬 이온 배터리(LIB)는 전기 자동차, 휴대용 전자 제품, 재생 에너지 저장 시스템을 포함한 다양한 응용 분야에서 필수적인 전력원으로 등장했습니다. 양극, 음극, 분리막, 전해질의 4가지 주요 요소로 구성된 LIB의 안전성, 성능 및 내구성을 보장하려면 모든 배터리 원재료 및 구성 요소에 대한 엄격한 품질 관리(QC)가 필요합니다.

양극과 음극을 물리적으로 분리하는 얇은 다공성 막인 분리막은 LIB 조립체에서 중요한 구성 요소 중 하나입니다. 이 구성 요소는 직접적인 전극 접촉을 방지하고 잠재적인 단락 및 열 폭주를 방지함으로써 배터리 안전과 성능에 중추적인 역할을 합니다. 또한 충전 및 방전 과정에서 전극 사이의 이온 흐름을 촉진합니다.

LIB 분리막 제조에는 폴리에틸렌(PE) 또는 폴리프로필렌(PP)과 같은 고분자 재료가 주로 사용됩니다. 이러한 재료는 견고한 기계적 강도, 화학적 안정성 및 전극 간 이온 흐름을 가능하게 하는 용량을 고려하여 선택됩니다. 푸리에 변환 적외선(FTIR) 분광기는 고유한 FTIR 스펙트럼으로 재료를 구별할 수 있어 폴리머 분석에 매우 적합합니다.¹

이 연구는 LIB 분리막의 재료 식별을 위한 Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 사용에 중점을 두며, LIB 구성 요소에 사용되는 염분과 용매의 QC 테스트에서도 역할을 발휘합니다.^{2,3} 이 기기는 초소형으로 설계되어 필요할 경우 글러브 박스 내부의 습도 제어 환경에서 잠재적으로 위험한 물질의 분석을 수행할 수 있습니다.¹ Cary 630 FTIR은 배터리 소재의 개발과 개선에 초점을 맞춘 연구 개발에도 널리 사용됩니다.⁴

실험

기기

단일 반사 다이아몬드 감쇠 전반사(ATR) 인터페이스를 갖춘 **Agilent Cary 630 FTIR**이 미사용 및 사용된 LIB 분리막의 빠르고 간편한 재료 식별(ID)에 사용되었습니다(그림 1).



그림 1. 폴리머 및 박막 식별에 사용되는 ATR 샘플링 모듈이 장착된 Agilent Cary 630 FTIR 분광기.

소프트웨어

직관적인 **Agilent MicroLab** 소프트웨어(그림 2)와 애질런트에서 생성한 폴리머 스펙트럼 라이브러리를 사용하여 유사성 검색 알고리즘에 따라 두 분리막을 식별했습니다. 기기 운영 파라미터가 표 1에 나와 있습니다.

시료

본 연구에서 분석한 두 개의 LIB 분리막:

- 미사용 다층 분리막
- LIB 재활용 시설에서 추출된 사용된 분리막

표 1. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 작동 파라미터.

파라미터	설정
분석법	라이브러리 검색
사용된 라이브러리	사용자 생성 폴리머 라이브러리(애질런트 내부 폴리머 라이브러리)
스펙트럼 범위	4,000-650cm ⁻¹
시료/백그라운드 스캔	32
스펙트럼 분리능	4cm ⁻¹
백그라운드 수집	공기
색상으로 구분된 신뢰 수준 임계값	초록색(높은 신뢰도): > 0.90 노란색(중간 신뢰도): 0.80-0.90 빨간색(낮은 신뢰도): < 0.80

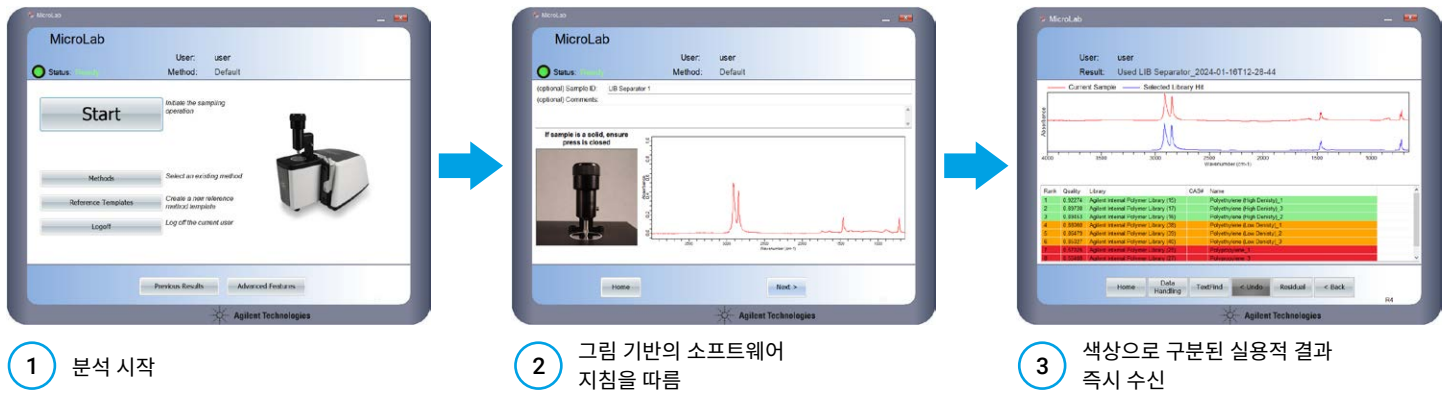


그림 2. Agilent MicroLab 소프트웨어는 교육의 필요성을 낮추고 사용자로 인한 오류의 위험을 최소화하는 그림 기반 인터페이스를 사용합니다.

결과 및 토의

유사성 알고리즘에 따라 사용자 생성 내부 스펙트럼 라이브러리를 검색한 결과, 두 분리막 모두 품질 지수가 0.90-0.99(녹색) 신뢰 수준 임계값으로 식별되었습니다.

미사용 분리막은 HQI가 0.94064인 폴리프로필렌(PP)으로 식별되었습니다(그림 3A). HQI는 분리막의 다층 구조와 라이브러리 스펙트럼을 생성하는 데 사용된 기준 물질과 비교하여 PP에 첨가제가 포함될 가능성을 반영합니다. 그러나 더 일치하는 기준 물질을 사용하여 HQI를 개선하기 위해 MicroLab 소프트웨어를 사용하여 스펙트럼 라이브러리를 몇 초 안에 업데이트하거나 생성할 수 있습니다. 스펙트럼은 라이브러리 생성 시, 또는 그 이후 어떤 시점에든 결과 화면에서 바로 추가 가능합니다.

사용된 분리막 재료는 HQI가 0.92274인 폴리에틸렌(PE)으로 식별되었습니다(그림 3B). 그림 4에 나타난 바와 같이 다른 LIB 구성 요소의 오염물질이 시각적으로 존재하면 HQI 결과에 영향을 미칠 수 있습니다.

HQI는 소프트웨어가 각 라이브러리 항목에 대해 자동으로 계산하며 측정된 스펙트럼과 라이브러리 스펙트럼이 얼마나 잘 일치하는지를 나타냅니다. 이 결과는 MicroLab 소프트웨어에서 사용자가 조정할 수 있는 HQI 임계값 설정을 기반으로 재료 식별 및 확인 워크플로에서 합격/불합격 기준으로 자주 사용됩니다. 본 연구에서는 HQI가 0.90을 넘는 결과를 녹색으로 표시했습니다.

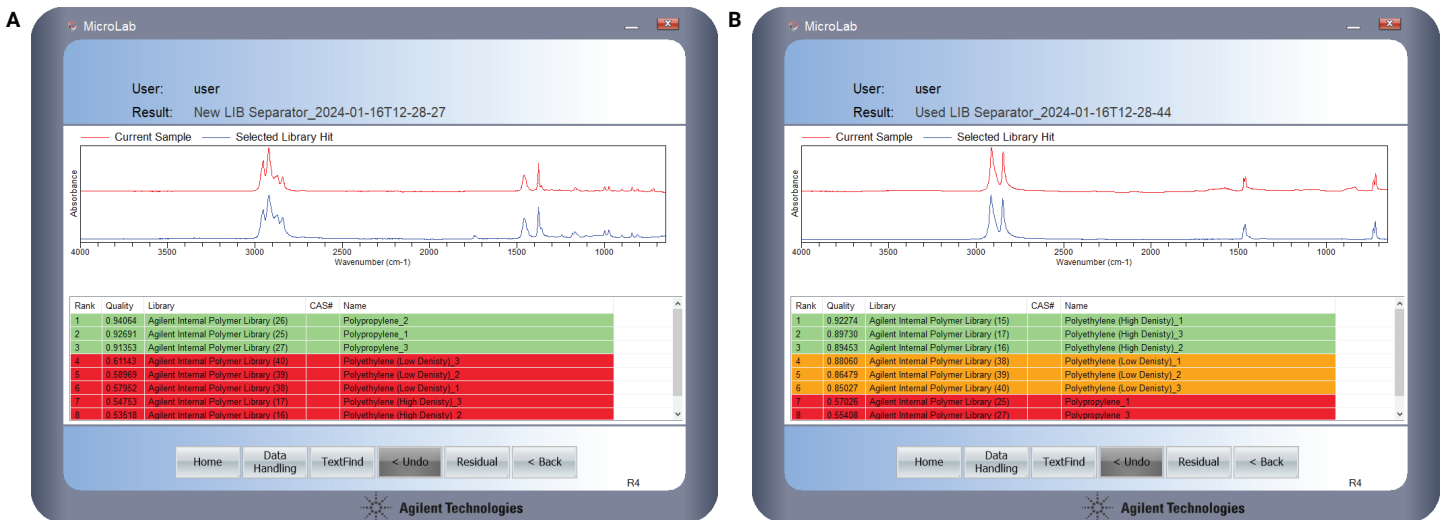


그림 3. LIB 분리막 시료(빨간색 트레이스) 및 라이브러리 히트(파란색 트레이스)에 대한 Agilent Cary 630 FTIR 분광기 식별 분석. 표에는 결과의 품질(HQI), 사용된 라이브러리 및 미사용 분리막(A)과 사용된 분리막(B)의 재료 히트 명칭이 표시되어 있습니다.

결과를 색상으로 구분하면 Cary 630 FTIR 시스템이 사용하기 쉬운 터키 솔루션으로 전환되어 빠른 의사 결정을 내릴 수 있습니다. 시료가 측정되면 MicroLab 소프트웨어는 사용자가 입력할 필요 없이 최종 결과를 화면에 직접 표시합니다.

소프트웨어가 자동으로 라이브러리 검색을 수행하고 작업자에게 색상으로 구분된 최종 결과를 제공하여 분석의 복잡성을 줄이고 정확한 재료 식별을 제공합니다.

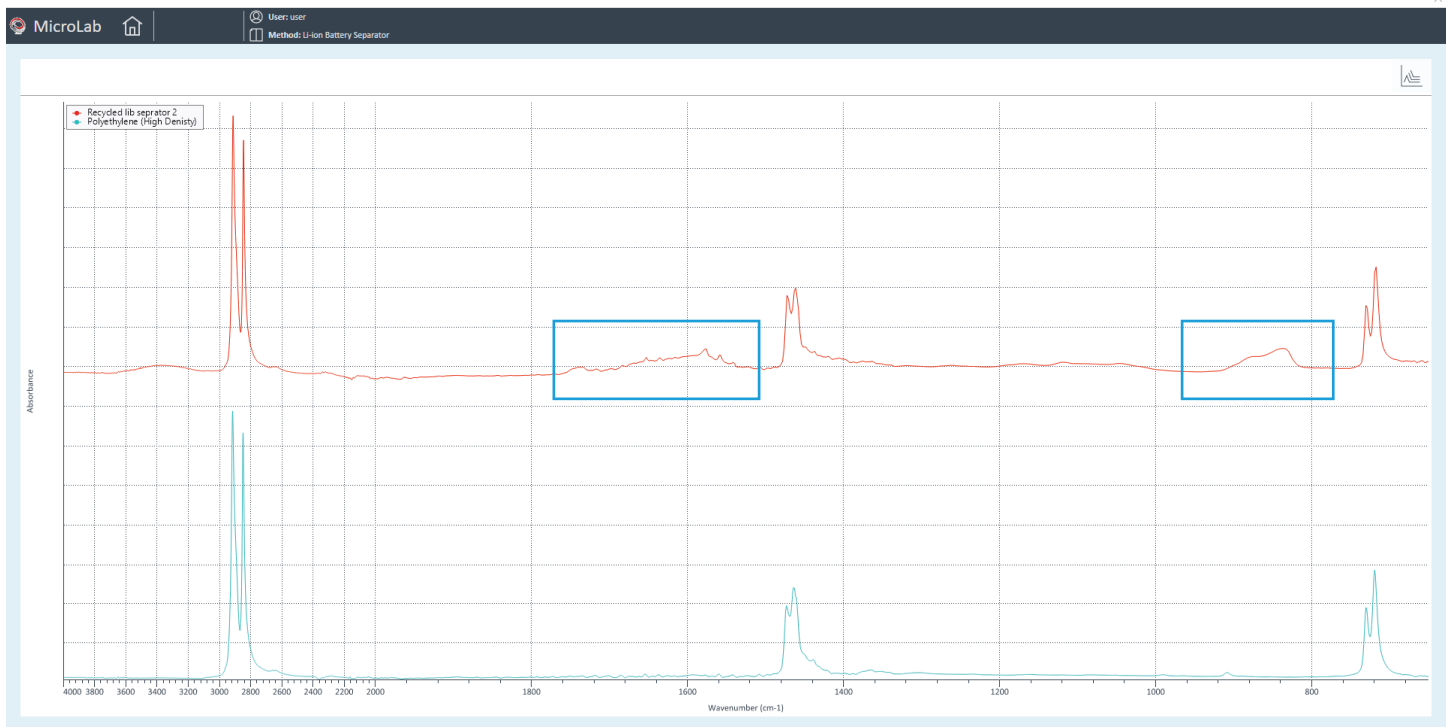


그림 4. 사용된 LIB 분리막(빨간색 트레이스) 및 라이브러리 히트(파란색 트레이스)의 스펙트럼 오버레이 간략 보기. Agilent MicroLab 소프트웨어 내의 파수 스케일 계수를 사용하면 관심 스펙트럼 범위를 더 자세히 볼 수 있습니다. 상단 스펙트럼 영역을 강조 표시하는 데 사용되는 검은색 상자는 다른 LIB 구성 요소의 잠재적인 오염물질을 나타냅니다.

결론

Agilent Cary 630 FTIR 분광기와 Agilent MicroLab 소프트웨어는 미사용 및 사용된 리튬 이온 배터리 분리막에 대한 정확한 재료 식별 결과를 신속하게 제공했습니다.

MicroLab 소프트웨어 내의 기존 사용자 생성 폴리머 스펙트럼 라이브러리를 사용하면 Cary 630 FTIR이 두 개의 분리막 시료를 폴리프로필렌과 폴리에틸렌으로 식별할 수 있었습니다. 라이브러리에 보다 대표적인 참조 스펙트럼을 추가하면 결과의 정확도가 더욱 향상될 수 있습니다. 스펙트럼 라이브러리는 MicroLab 소프트웨어에서 쉽게 유지 및 관리할 수 있으며, 몇 초 내에 새 라이브러리를 생성할 수 있습니다. MicroLab 소프트웨어는 HQI를 기반으로 미사용 및 사용된 분리막 시료의 식별 결과에 색상을 표시하여 데이터 품질을 빠르고 쉽게 검토할 수 있도록 했습니다. 두 시료 모두 높은 수준의 신뢰도로 식별되었습니다.

이 연구에서는 LIB 제조업체의 요구에 따라 재료의 QC 테스트를 위해 ATR 샘플링 모듈이 장착된 Cary 630 FTIR의 효율성을 보여주었습니다. 이 방법은 배터리 재료를 개발하거나 개선하기 위해 노력하는 R&D 그룹에도 적합합니다.

참고 문헌

1. Dutta, A. Chapter 4 - Fourier Transform Infrared Spectroscopy. Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization, Elsevier, **2017**, pp. 73–93. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00004-2>.
2. Alwan, W.; Babu, S.; Zieschang, F. 리튬 이온 배터리에 쓰이는 염을 FTIR로 빠르고 쉽게 찾아내는 방법, *애질런트 응용 자료*, 발행 번호 **5994-6243KO**, **2023**.
3. Babu, S.; Alwan, W.; Zieschang, F. 리튬 이온 배터리용 용매를 FTIR로 빠르고 쉽게 찾아내는 방법, *애질런트 응용 자료*, 발행 번호 **5994-6182KO**, **2023**.
4. Alwan, W.; Zieschang, F. Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 이용한 리튬 이온 배터리 연구의 발전, *애질런트 백서*, 발행 번호 **5994-6144KO**, **2023**.

추가 정보

Agilent Cary 630 FTIR 분광기

MicroLab FTIR 소프트웨어

MicroLab Expert

FTIR 분석 및 응용 가이드

FTIR 분광학 기초 – FAQ

ATR-FTIR 분광기 개요

www.agilent.com/chem/cary630

DE84755018

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 2월 26일 한국에서 발행
5994-7071KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com