

Identificación rápida y sencilla de los disolventes utilizados en las baterías de iones de litio mediante FTIR

Uso del espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 para identificar disolventes de electrolitos comunes de una LIB



Autores

Suresh Babu C. V.,
Wesam Alwan y
Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

La demanda de baterías de iones de litio (lithium-ion batteries, LIB) está aumentando debido al uso generalizado de dispositivos electrónicos portátiles y a la creciente popularidad de los vehículos eléctricos (VE). Hay también una creciente necesidad de almacenamiento en baterías asociada a la electricidad sostenible generada a partir de fuentes intermitentes como la eólica, la solar y la mareomotriz. Los fabricantes de electrolitos de una LIB deben asegurar la calidad (quality assure, QA) de las materias primas para garantizar que los componentes cumplen las especificaciones requeridas antes de su uso. Este estudio demuestra la idoneidad del espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 con tecnología de muestreo de reflectancia total atenuada (attenuated total reflectance, ATR) para la identificación rápida y confiable de disolventes de electrolitos de una LIB mediante un método sencillo. La metodología también es útil para los equipos de investigación y desarrollo (I+D) que trabajan para mejorar la tecnología de las baterías.

Introducción

El electrolito es un componente clave de las baterías de iones de litio (LIB), ya que facilita la transferencia de iones cargados entre el ánodo y el cátodo durante el funcionamiento de la batería. El rendimiento global de las LIB en términos de costo, capacidad, tiempo de carga y vida útil depende, en gran medida, de la composición del electrolito. Los electrolitos de una LIB contienen sales de litio, disolventes y aditivos.¹ El hexafluorofosfato de litio (LiPF_6) disuelto en disolventes carbonatados, como carbonato de etileno (EC), carbonato de dietilo (DEC), carbonato de dimetilo (DMC) y carbonato de etilmetilo (EMC), es un electrolito de uso común.^{2,3}

Las materias primas utilizadas en la producción de baterías desempeñan un papel fundamental en el rendimiento global de las LIB, ya que pueden afectar a la confiabilidad y durabilidad de los productos finales. Para garantizar que se utiliza la materia prima correcta en el proceso de fabricación, las pruebas de identificación de materias primas son un análisis esencial de garantía de calidad y seguridad en la industria de las LIB.

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica no destructiva ampliamente utilizada para aplicaciones de pruebas de identificación de materias primas. La técnica de FTIR proporciona una huella química característica de la muestra midiendo la absorción de la radiación IR. Esta técnica fácil de usar, que no requiere ningún paso de preparación de la muestra, permite una rápida identificación de los materiales.

En este estudio, se utilizó el **Espectrómetro FTIR Agilent Cary 630** equipado con un **módulo ATR de diamante** (Figura 1) para evaluar los disolventes de electrolitos de una LIB utilizados habitualmente. La nota describe la creación de una biblioteca espectral de referencia utilizando el **software MicroLab de Agilent** y la aplicación de un enfoque basado en métodos para confirmar la identidad de varios disolventes electrolíticos.



Figura 1. El espectrómetro FTIR Cary 630, con su diseño ultracompacto y ligero (20 x 20 cm y 3.6 kg), puede manejarse y colocarse fácilmente en relación con la muestra, lo que garantiza unos resultados de alta calidad.

Experimento

Instrumentos

En este estudio se utilizaron dos espectrómetros FTIR Cary 630, ambos equipados con un módulo ATR de diamante. Se utilizó un instrumento del Centro de desarrollo de soluciones globales, Agilent Technologies, Inc. de Singapur, para crear la biblioteca espectral de referencia mostrada en la Tabla 1. La biblioteca se utilizó para crear un método rutinario de identificación de materiales. A continuación, este método se transfirió a otro instrumento ubicado en el Agilent Spectroscopy Center of Excellence de Melbourne, Australia, donde se utilizó para identificar cuatro disolventes "desconocidos" (Figura 2).

Generación de la biblioteca

La biblioteca se desarrolló utilizando las sustancias químicas enumeradas en la Tabla 1. Las bibliotecas espectrales pueden crearse, mantenerse y gestionarse fácilmente en el software MicroLab. Una nueva biblioteca puede crearse en pocos segundos y los espectros pueden añadirse directamente desde la pantalla de resultados, ya sea en el momento de la creación o en cualquier otro momento.

Tabla 1. Disolventes de una LIB utilizados como material de referencia espectral para la generación de la biblioteca.

Nombre del disolvente	Nombre corto	CAS	Proveedor
Carbonato de etileno	EC	96-49-1	Sigma-Aldrich Co
Carbonato de dimetilo	DMC	616-38-6	Sigma-Aldrich Co
Etil Metil Carbonato	EMC	623-53-0	Tokyo Chemical Industry Co. LTD
Acetato de etilo	EA	141-78-6	Sigma-Aldrich Co

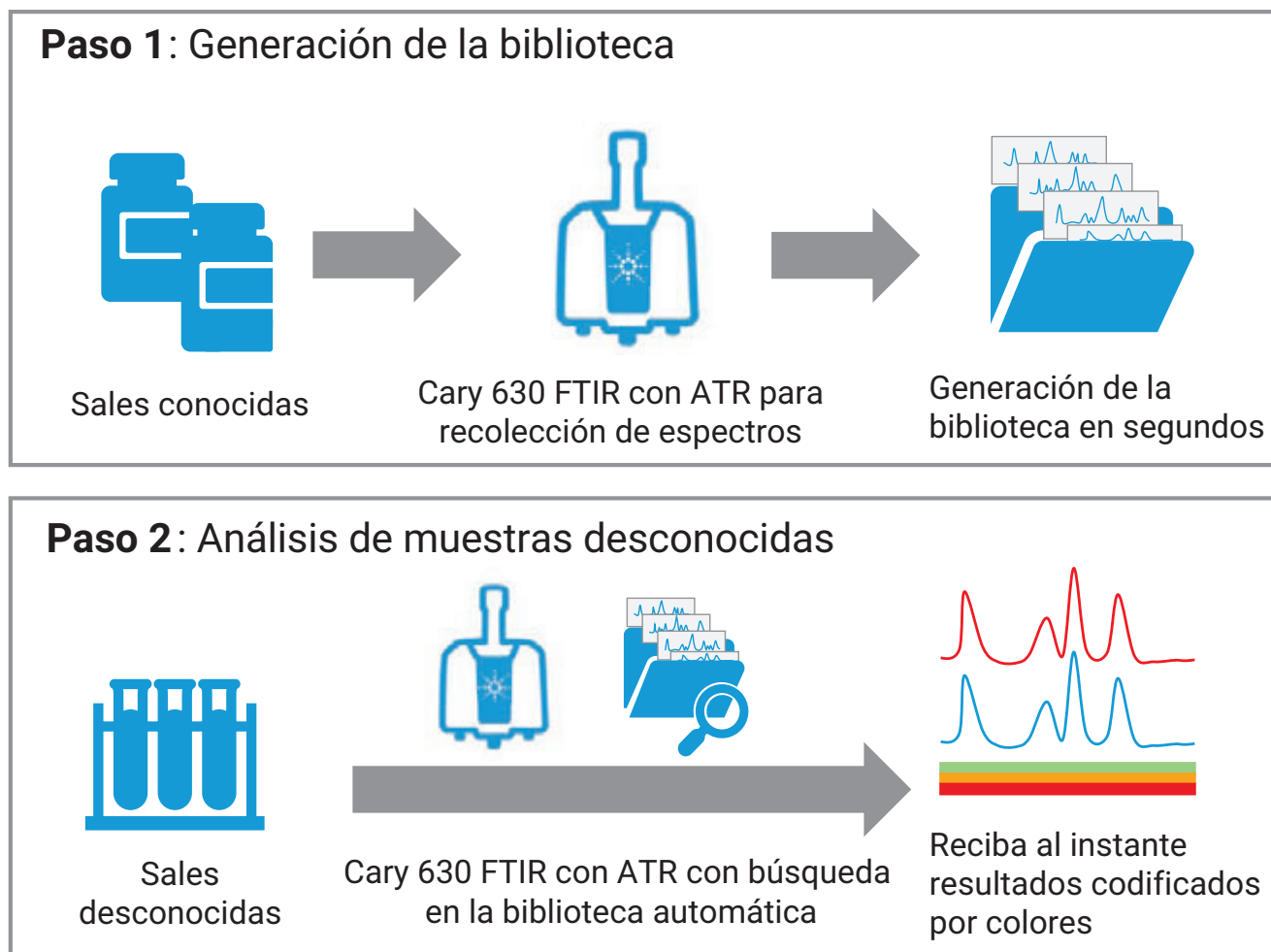


Figura 2. Creación de un método de identificación para la identificación de disolventes de una LIB utilizando el espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 y el software MicroLab de Agilent.



1 Iniciar el análisis

2 Siga las instrucciones del software basadas en las imágenes

3 Reciba al instante resultados procesables codificados por colores

Figura 3. El intuitivo software MicroLab de Agilent hace que encontrar las respuestas con el espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 sea muy fácil. El software basado en imágenes también reduce las necesidades de entrenamiento y minimiza el riesgo de errores del usuario.

Software

El software de control del instrumento **MicroLab** para el espectrómetro FTIR Cary 630 utiliza una interfaz con imágenes para guiar a los usuarios a través de los pasos del análisis, desde la introducción de la muestra hasta la elaboración del informe (Figura 3).

Muestras

La biblioteca generada por el usuario se probó analizando cuatro muestras independientes de disolventes "desconocidos" (estas muestras eran disolventes disponibles comercialmente con el nombre de la sustancia indicado en la etiqueta del envase) utilizando el FTIR Cary 630. Las muestras incluían dos soluciones de etilmetilcarbonato, dimetilcarbonato y acetato de etilo.

Análisis

Para analizar muestras líquidas utilizando FTIR Cary 630 con módulo ATR, se coloca una pequeña gota de la muestra sobre el cristal ATR. Se realiza la medición y, una vez finalizada, el cristal puede limpiarse con etanol, si es necesario.

Las condiciones y parámetros de operación del instrumento se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Parámetros de operación del FTIR Agilent Cary 630 FTIR con ATR

Parámetro	Configuración
Método	Búsqueda en la biblioteca
Biblioteca utilizada	Biblioteca de disolventes de una LIB generada por el usuario
Algoritmo de búsqueda	Similitud
Rango espectral	4,000 a 650 cm^{-1}
Barridos de blanco de fondo	10
Barridos de muestras	24
Resolución espectral	2 cm^{-1}
Colección de fondo	Aire
Factor de llenado cero	Ninguno
Apodización	HappGenzel
Corrección de fase	Mertz
Umbral de nivel de confianza codificados por colores	Verde (confianza alta): >0.95 Amarillo (confianza media): 0.90 a 0.95 Rojo (confianza baja): <0.90

Resultados y comentarios

Cada uno de los cuatro disolventes "desconocidos" se analizó utilizando FTIR Cary 630. Utilizando el algoritmo de similitud para buscar en la biblioteca espectral de disolventes de una LIB generada por el usuario, las muestras desconocidas 1 y 2 se identificaron como EMC con un índice de calidad de aciertos (hit quality index, HQI) de 0.99393 y 0.94530, respectivamente. La muestra desconocida 3 se identificó como DMC con un HQI de 0.97820 y la muestra 4 como EA (HQI de 0.99679), como se muestra en la Tabla 3.

El HQI, que el software calcula automáticamente para cada elemento de la biblioteca, indica lo bien que coinciden el espectro medido y el espectro de la biblioteca. El HQI se utiliza a menudo como criterio de aprobado/no aprobado en los flujos de trabajo de identificación y confirmación de materiales. Los analistas pueden establecer sus propios umbrales basados en el HQI en el software MicroLab.

Tabla 3. Resultados de identificación de disolventes de una LIB obtenidos utilizando el FTIR Agilent Cary 630 con ATR, la biblioteca de disolventes de una LIB generada por el usuario y el algoritmo de búsqueda por similitud.

Nombre de la muestra	Identificación del material	Índice de calidad
Muestra desconocida 1	Carbonato de etilmetilo (EMC)	0.99393
Muestra desconocida 2	Carbonato de etilmetilo (EMC)	0.94530
Muestra desconocida 3	Carbonato de dimetilo (DMC)	0.97820
Muestra desconocida 4	Acetato de etilo (EA)	0.99679

Resultados codificados por colores

Para facilitar la revisión de los datos generados por el FTIR Cary 630, los resultados de identificación de materiales obtenidos para cada muestra están codificados por colores en función de los umbrales de nivel de confianza definidos por el usuario (Figura 4).

En este estudio, los resultados con un HQI superior a 0.95 se codificaron por colores en verde, indicando una buena coincidencia espectral y proporcionando un alto grado de confianza en la identificación del material. Como se muestra en la figura 4, la muestra desconocida 2 se identificó con una confianza media (HQI: 0.90 a 0.95) y se coloreó en naranja. Dependiendo de los objetivos del análisis, un resultado de confianza media puede indicar al analista que el lote de disolventes analizado debe investigarse más a fondo.

La codificación por colores de los resultados convierte al sistema FTIR Cary 630 en una solución llave en mano fácil de usar que permite tomar decisiones de una forma rápida. Una vez medida la muestra, el software MicroLab muestra la respuesta final directamente en la pantalla, sin necesidad de que el usuario introduzca ningún dato. El software realiza automáticamente la búsqueda en la biblioteca y proporciona al operador los resultados finales codificados por colores.

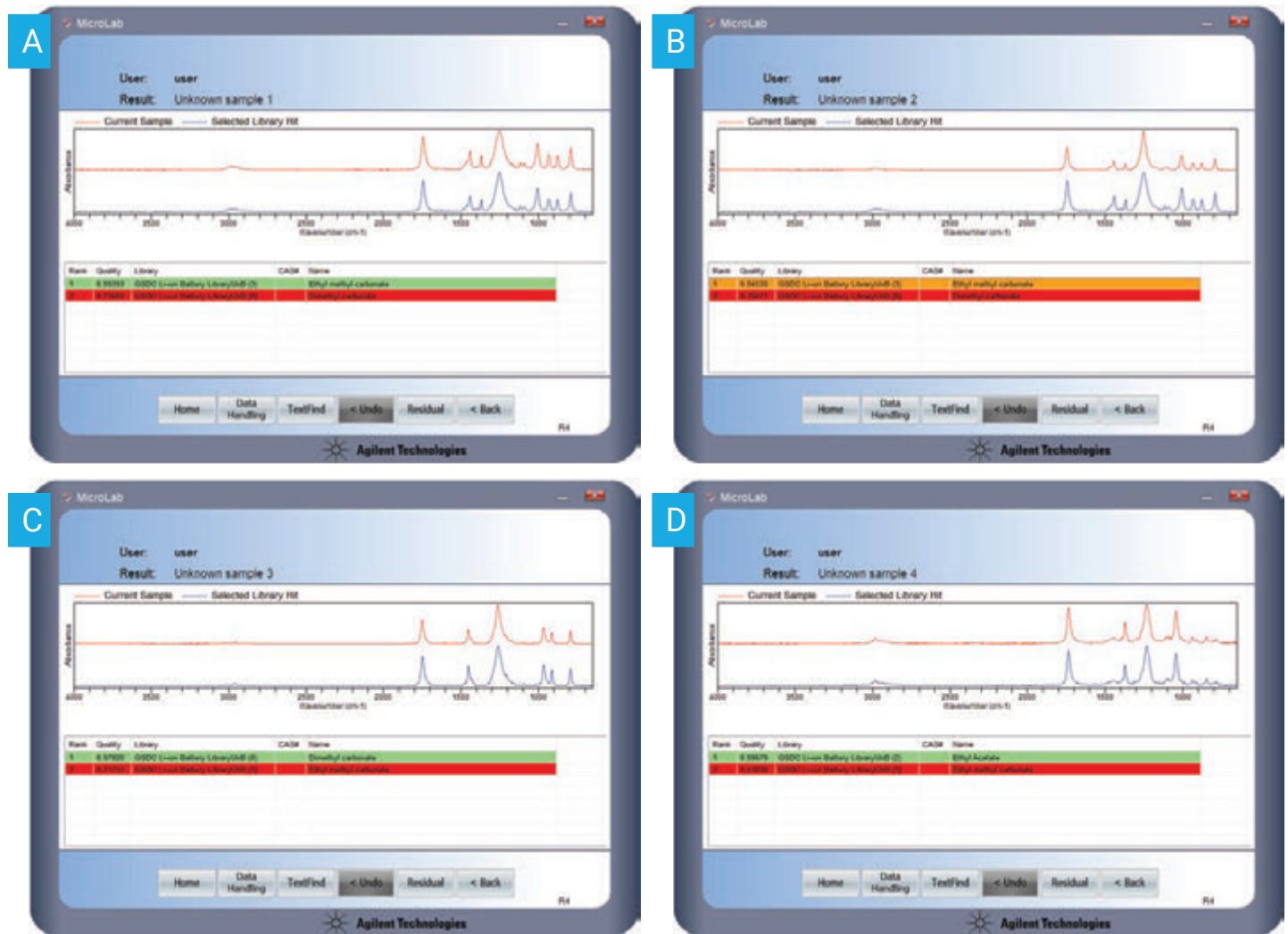


Figura 4. Análisis de identificación con el espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 de las cuatro muestras de disolventes de una LIB (líneas rojas) y acierto de la biblioteca (líneas azules). La tabla muestra la calidad del acierto, la biblioteca utilizada y el nombre del acierto para las muestras desconocidas 1 a 4 (etiquetadas de A a D, respectivamente).

Conclusión

El espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 proporciona una metodología sencilla de utilizar para la identificación de materiales de los disolventes utilizados en la producción de electrolitos de baterías de iones de litio (LIB).

El FTIR Cary 630 y el software MicroLab facilitaron la generación rápida y sencilla de una biblioteca de disolventes de una LIB, que permitió la rápida identificación de cuatro muestras de disolventes “desconocidos”.

El software MicroLab aplicó un código de colores a los resultados de identificación basado en el índice de calidad de acierto (HQI), simplificando la revisión de los datos. Los cuatro disolventes se identificaron correctamente a través de la biblioteca, aunque una de las muestras se marcó como que necesitaba más investigación.

Este estudio ha demostrado la flexibilidad del FTIR Cary 630 equipado con el módulo de muestreo ATR para la evaluación de materiales de disolventes relacionados con una LIB. El FTIR Cary 630 proporciona métodos de identificación de materiales precisos y confiables a los fabricantes de materias primas para una LIB y a los productores de una LIB. También apoya a los grupos de I+D implicados en el desarrollo de materiales de nueva generación.

Referencias

1. Xing, J. *et al.* A Review of Nonaqueous Electrolytes, Binders, and Separators for Lithium-Ion Batteries. *Electrochem. Energy Rev.* **2022**, 5, 14, <https://doi.org/10.1007/s41918-022-00131-z>
2. Zhang, J. *et al.* Ethers Illuminate Sodium-Based Battery Chemistry: Uniqueness, Surprise, and Challenges. *Adv. Energy Mater.* **2018**, 8, 1801361, <https://doi.org/10.1002/aenm.201801361>
3. Zonouz, A. F.; Mosallanejad, B. Use of Ethyl Acetate for Improving Low-Temperature Performance of Lithium-Ion Battery. *Monatsh Chem.* **2019**, 150, 1041–1047, <https://doi.org/10.1007/s00706-019-2360-x>

Para más información

- Espectrómetro FTIR Agilent Cary 630
- Software MicroLab de Agilent
- Software MicroLab Expert de Agilent
- Guía de análisis y aplicaciones FTIR
- Conceptos básicos de la espectroscopia FTIR: preguntas frecuentes
- Visión general de la espectroscopia ATR-FTIR

www.agilent.com

DE43896617

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
Impreso en EE. UU., 7 de julio de 2023
5994-6182SPL