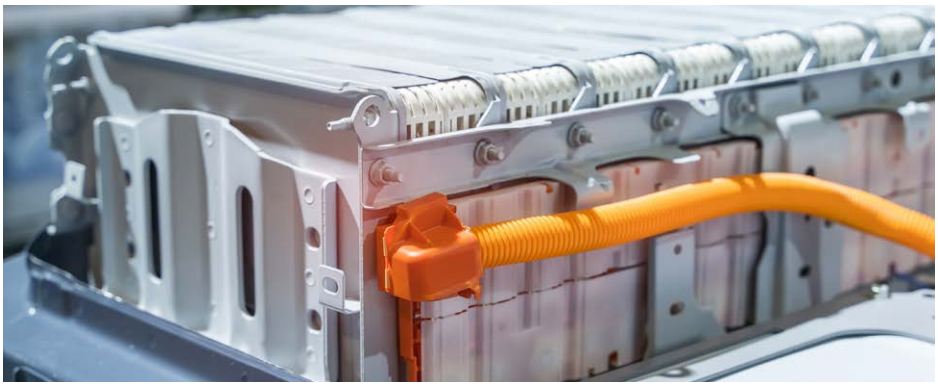
응용 자료

화학 및 에너지

리튬 이온 배터리용 용매를 FTIR로 빠르고 쉽게 찾아내는 방법

Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 통한 일반 LIB 전해질 용매의 식별



저자

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

개요

휴대용 전자식 장치의 광범위한 사용과 전기자동차(EV)의 인기 상승으로 인해 리튬 이온 배터리(LIB)에 대한 수요가 증가하고 있습니다. 또한 풍력, 태양열, 조력 등 간헐적 자원에서 생성되는 지속 가능한 전기와 관련된 배터리 저장에 대한 필요성도 높아지고 있습니다. LIB 전해질 제조업체는 사용 전에 부품이 필요한 사양을 충족하는지 확인하기 위해 원료에 대한 품질 보증(QA)을 수행해야 합니다. 본 연구는 감쇠 전반사(ATR) 샘플링 기술이 적용된 Agilent Cary 630 FTIR 분광기가 간단한 분석법을 이용하여 LIB 전해질 용매를 빠르고 안정적으로 식별하는 데 적합함을 보여주는 연구입니다. 이 방법론은 배터리 기술을 개선하기 위해 노력하는 연구 개발(R&D) 팀에도 유용합니다.

서론

전해질은 배터리 작동 중에 양극과 음극 사이에서 충전된 이온의 이동을 용이하게 하기 때문에 리튬 이온 배터리(LIB)의 핵심 구성 요소입니다. 비용, 용량, 충전 시간 및 수명 측면에서 LIB의 전반적인 성능은 전해질의 조성에 따라 크게 달라집니다. LIB 전해질에는 리튬 염, 용매 및 첨가제가 함유되어 있습니다.[1] ethylene carbonate (EC), diethyl carbonate (DEC), dimethyl carbonate (DMC), ethyl methyl carbonate (EMC) 등의 탄산염 용매에 용해된 Lithium hexafluorophosphate($LiPF_6$)는 일반적으로 사용되는 전해질입니다.[2, 3]

배터리 생산에 사용되는 원료는 최종 제품의 신뢰성과 내구성에 영향을 미칠 수 있으므로 LIB의 전반적인 성능에 중요한 역할을 합니다. 제조 공정에서 올바른 원료가 사용되는지 확인하기 위해 원료 식별 테스트는 LIB 산업에서 없어서는 안 될 QA 및 안전성 분석입니다.

FTIR(Fourier transform infrared) 분광기는 원료 식별 테스트 분야에 널리 사용되는 비파괴 기술입니다. FTIR은 IR 방사의 흡수를 측정하여 시료의 특징적인 화학 지문을 생성합니다. 시료 전처리 단계가 필요 없고 사용하기 쉬워 물질을 빠르게 식별할 수 있습니다.

본 연구에서는 다이아몬드 ATR 모듈(그림 1)이 장착된 Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 사용하여 일반적으로 사용되는 LIB-전해질 용매를 검증했습니다. 이 자료에서는 Agilent MicroLab 소프트웨어를 사용한 표준 스펙트럼 라이브러리 생성과 다양한 전해질 용매의 정체를 확인하기 위한 분석법 기반 접근법의 적용에 대해 설명합니다.

그림 1. Cary 630 FTIR 분광기는 초소형 경량 디자인(20 x 20cm, 3.6kg)으로 시료에 맞춰 쉽게 다루기 쉽고 배치할 수 있어 고품질의 결과를 약속합니다.

실험

기기

본 연구에는 다이아몬드 ATR 모듈이 장착된 Cary 630 FTIR 분광기가 두 대 사용되었습니다. 싱가포르 Agilent Technologies, Inc. 글로벌 솔루션 개발 센터의 기기를 사용하여 표 1에 나열된 스펙트럼 표준 라이브러리를 생성했습니다. 이 라이브러리는 일상적인 물질 식별 분석법을 생성하는 데 사용되었습니다. 그런 다음 이 분석법을 호주 멜버른의 애질런트 분광법 우수 연구 센터의 다른 기기로 옮겨 "미지" 용매 네 개를 식별하는 데 이용했습니다 (그림 2).

라이브러리 생성

라이브러리는 표 1에 나열된 화학 물질을 사용하여 개발되었습니다. 스펙트럼 라이브러리는 MicroLab 소프트웨어에서 쉽게 생성, 유지 및 관리할 수 있습니다. 새 라이브러리는 몇 초 만에 생성할 수 있으며 생성 시 또는 다른 시간에 결과 화면에서 바로 스펙트럼을 추가할 수 있습니다.

표 1. 라이브러리 생성을 위한 스펙트럼 표준 자료로 쓰이는 LIB 용매.

용매명	약식 명칭	CAS	공급업체
Ethylene Carbonate	EC	96-49-1	Sigma-Aldrich Co
Dimethyl Carbonate	DMC	616-38-6	Sigma-Aldrich Co
Ethyl Methyl Carbonate	EMC	623-53-0	Tokyo Chemical Industry Co. LTD
Ethyl Acetate	EA	141-78-6	Sigma-Aldrich Co

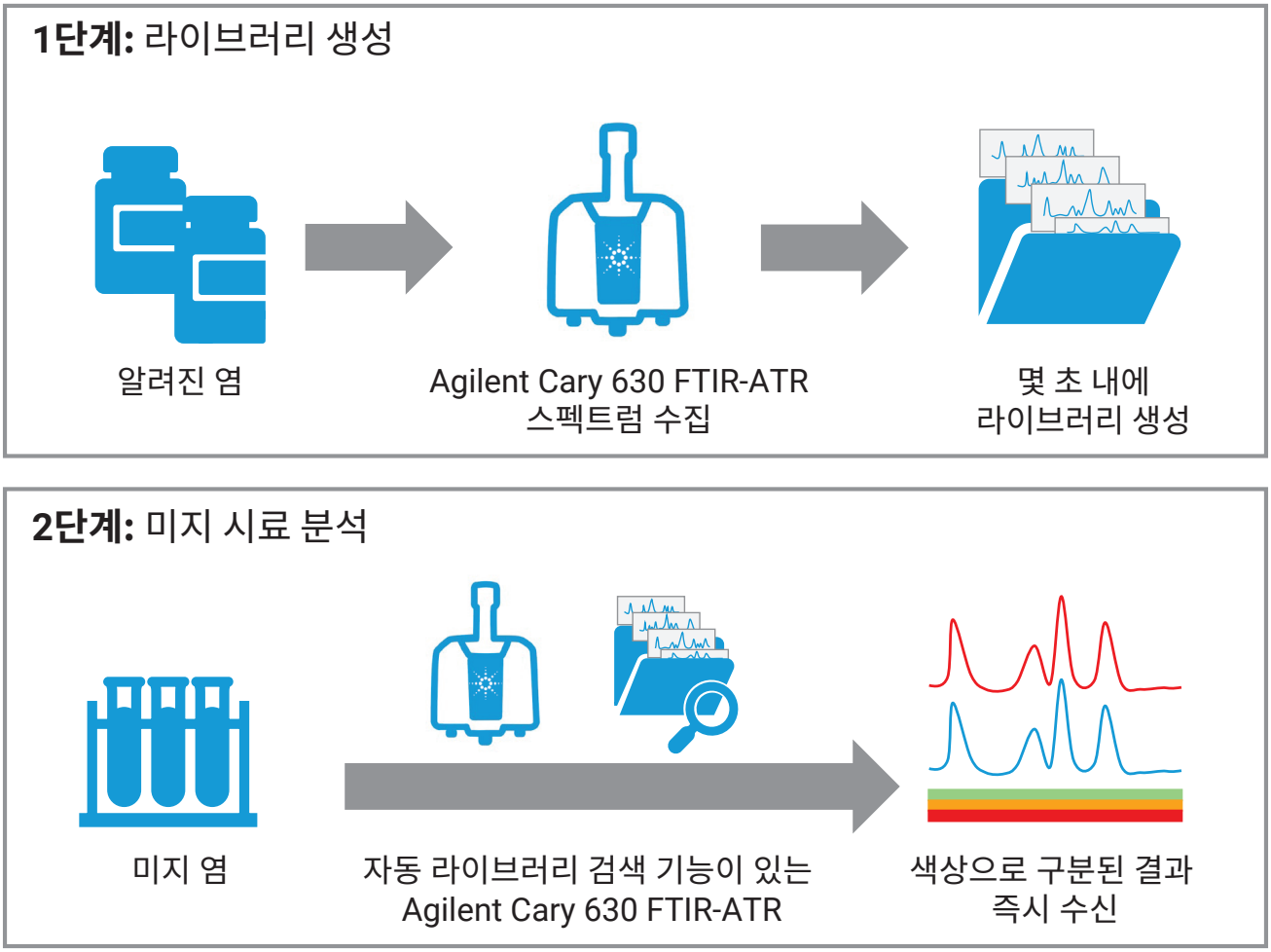


그림 2. Agilent Cary 630 FTIR 분광기 및 Agilent MicroLab 소프트웨어를 사용한 LIB 용매 확인을 위한 확인 분석법 생성.

1 분석 시작

2 그림 기반의 소프트웨어 지침 따르기

3 색상으로 구분된 실용적 결과 즉시 수신

그림 3. 직관적인 Agilent MicroLab 소프트웨어를 사용하면 Agilent Cary 630 FTIR 분광기로 답을 찾는 것이 1, 2, 3처럼 쉬워집니다. 그림을 통해 안내되는 이 소프트웨어는 교육의 필요성을 낮추고 사용자의 오류 위험을 최소화합니다.

소프트웨어

Cary 630 FTIR 분광기용 MicroLab 기기 제어 소프트웨어는 그림 인터페이스를 통해 사용자에게 시료 주입부터 보고까지의 분석 단계를 안내합니다(그림 3).

샘플

사용자 생성 라이브러리는 Cary 630 FTIR을 사용하여 4개의 독립적인 "미지" 용매 시료(이 시료는 용기 라벨에 물질 명칭이 명시된 시판용 용매)를 분석하여 테스트했습니다. 시료에는 ethyl methyl carbonate, dimethyl carbonate, ethyl acetate의 두 가지 용액이 포함되었습니다.

분석

ATR 모듈이 장착된 Cary 630 FTIR로 액체 시료를 분석하기 위해 시료 한 방울을 ATR 크리스탈 위에 떨어뜨립니다. 측정을 수행하고 완료 후 필요한 경우 에탄올을 사용하여 결정체를 깨끗하게 세척할 수 있습니다.

기기 운영 조건과 파라미터는 표 2에 표시되어 있습니다.

표 2. Agilent Cary 630 FTIR–ATR 작동 파라미터.

파라미터	설정
분석법	라이브러리 검색
사용된 라이브러리	사용자 생성 LIB 용매 라이브러리
검색 알고리즘	유사
스펙트럼 범위	4,000~650cm^{-1}
백그라운드 스캔	10
시료 스캔	24
스펙트럼 분리능	2cm^{-1}
백그라운드 수집	공기
Zero Fill Factor(제로 필 팩터)	없음
Apodization(아포다이제이션)	HappGenzel
Phase Correct(위상 보정)	Mertz
색상으로 구분된 신뢰 수준 임계값	초록색(높은 신뢰도): >0.95 노랑색(중간 신뢰도): 0.90~0.95 빨간색(낮은 신뢰도): <0.90

결과 및 토의

네 가지 "미지" 용매 각각을 Cary 630 FTIR로 분석했습니다. 유사성 알고리즘을 사용하여 사용자 생성 LIB-용매 스펙트럼 라이브러리를 검색한 결과, 미지 시료 1과 2는 각각 0.99393과 0.94530의 히트 품질 지수(HQI)로 EMC로 확인되었습니다. 미지 시료 3은 표 3에 표시된 것처럼 HQI가 0.97820인 DMC로, 시료 4는 0.99679인 EA로 확인되었습니다.

HQI는 소프트웨어가 각 라이브러리 항목에 대해 자동으로 계산하며 측정된 스펙트럼과 라이브러리 스펙트럼이 얼마나 잘 일치하는지를 나타냅니다. HQI는 재료 식별 및 확인 워크플로에서 통과/실패의 기준으로 자주 쓰입니다. 분석자는 MicroLab 소프트웨어에서 자체적인 HQI 기반 임계값을 설정할 수 있습니다.

표 3. Agilent Cary 630 FTIR–ATR, 사용자 생성 LIB 용매 라이브러리 및 유사성 검색 알고리즘을 사용하여 얻은 LIB 용매 확인 결과.

시료명	물질 식별	히트 품질 지수(HQI)
미지 시료 1	Ethyl methyl carbonate(EMC)	0.99393
미지 시료 2	Ethyl methyl carbonate(EMC)	0.94530
미지 시료 3	Dimethyl carbonate(DMC)	0.97820
미지 시료 4	Ethyl acetate(EA)	0.99679

색상으로 구분된 결과

Cary 630 FTIR에서 생성된 데이터를 쉽게 검토할 수 있도록 각 시료에서 얻은 재료 식별 결과는 사용자가 정의한 신뢰 수준 임계값에 따라 색상으로 구분해 놓았습니다(그림 4).

본 연구에서 HQI가 0.95 이상인 결과는 녹색으로 표시되며, 스펙트럼이 잘 일치하고 재료 식별에 대한 높은 확신을 줄 수 있음을 나타냅니다. 그림 4에서 볼 수 있듯이, 미지 시료 2는 중간 신뢰도(HQI: 0.90~0.95)로 확인되었으며 주황색으로 색상이 구분되었습니다. 분석 목적에 따라 중간 신뢰도 결과는 분석자에게 테스트된 용매 배치에 대한 추가 연구가 필요하다는 것을 나타낼 수 있습니다.

결과를 색상으로 구분하면 Cary 630 FTIR 시스템이 사용하기 쉬운 턴키 솔루션으로 전환되어 빠른 의사 결정을 내릴 수 있습니다. 시료가 측정되면 MicroLab 소프트웨어는 사용자가 입력할 필요 없이 최종 결과를 화면에 직접 표시합니다. 소프트웨어는 자동으로 라이브러리 검색을 수행하고 작업자에게 색상으로 구분된 최종 결과를 제공합니다.

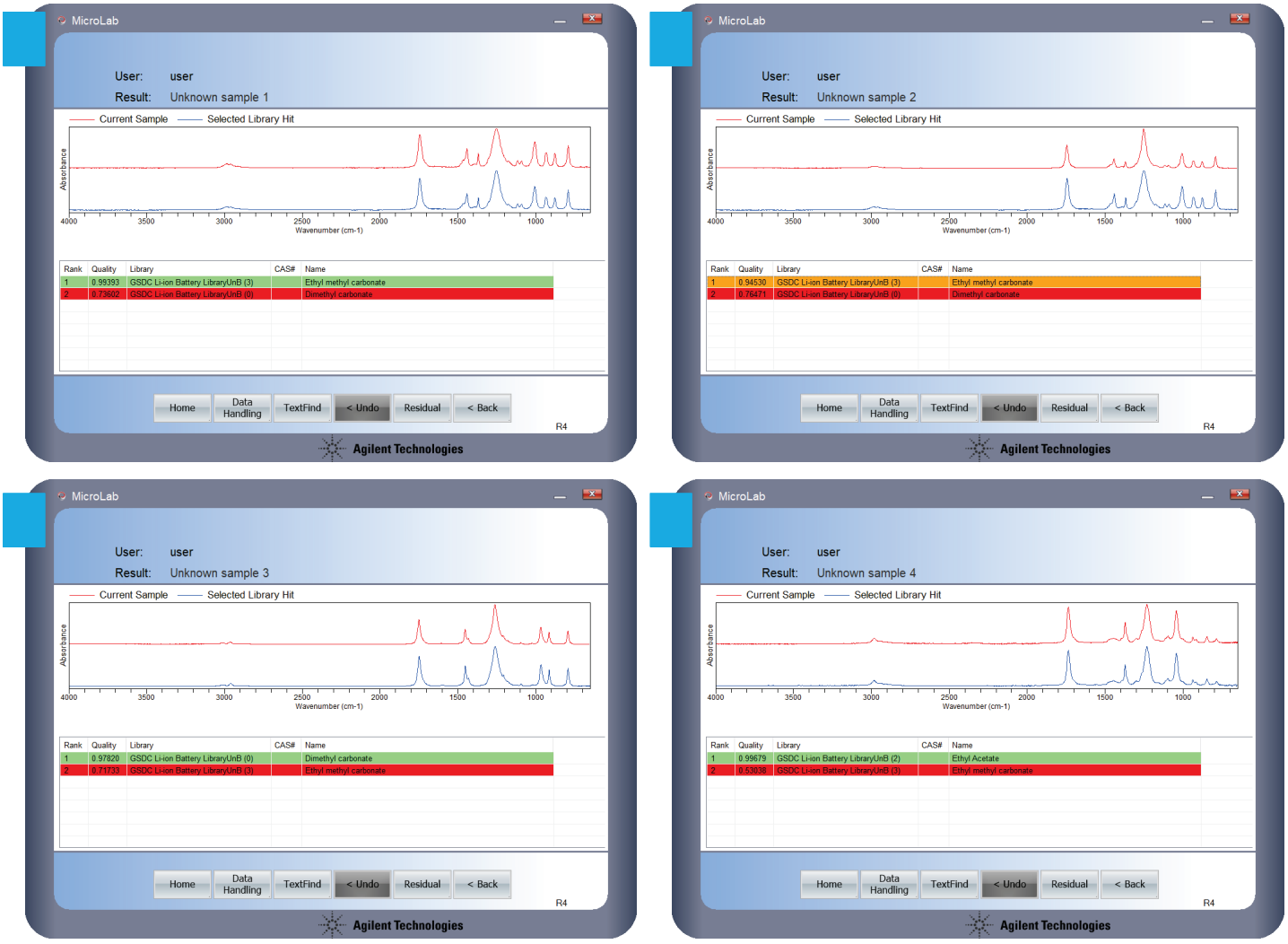


그림 4. 4개의 LIB 용매 시료(빨간색 선)와 라이브러리 히트(파란색 선)에 대한 Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 식별 분석. 표에는 미지 시료 1~4(각각 A~D로 표시됨)의 히트 품질, 사용된 라이브러리 및 히트 명칭이 나와 있습니다.

결론

Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 이용하면 리튬 이온 배터리(LIB) 전해질 생산에 사용되는 용매의 재료 확인이 간편합니다.

Cary 630 FTIR 및 MicroLab 소프트웨어를 이용하면 LIB 용매 라이브러리를 빠르고 쉽게 생성할 수 있어 "미지" 용매 시료 4개를 빠르게 확인할 수 있습니다.

MicroLab 소프트웨어는 히트 품질 지수(HQI)를 기반으로 식별 결과에 색상으로 구분하는 방식을 적용하여 데이터 검토를 간소화했습니다. 시료 중 하나는 추가 연구가 필요한 것으로 플래그 표시되었지만 라이브러리를 통해 네 용매가 모두 정확하게 확인되었습니다.

본 연구는 LIB 관련 용매의 재료 적격성 평가를 위한 ATR 샘플링 모듈이 장착된 Cary 630 FTIR의 유연성을 보여주었습니다. Cary 630 FTIR은 LIB 원료 제조업체와 LIB 생산업체에 정확하고 신뢰할 수 있는 재료 식별 분석법입니다. 또한 차세대 소재 개발에 관여하는 R&D 그룹을 지원합니다.

참고 문헌

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 Illume 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

추가 정보

- Agilent Cary 630 FTIR 분광기
- Agilent MicroLab 소프트웨어
- Agilent MicroLab Expert 소프트웨어
- FTIR 분석 및 응용 가이드
- FTIR 분광기 기초 관련 자주 묻는 질문(FAQ)
- ATR-FTIR 분광기 개요

www.agilent.com

DE43896617

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023

2023년 7월 7일, 한국에서 발행
5994-6182KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
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

Agilent
Trusted Answers