

## 利用 FTIR 快速、轻松地对锂离子电池中所用的溶剂进行材料鉴定

使用 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪鉴定常用的 LIB 电解液溶剂



### 作者

Suresh Babu C. V.,  
Wesam Alwan,  
Fabian Zieschang  
安捷伦科技有限公司

### 摘要

由于便携式电子设备的广泛使用和电动汽车 (EVs) 的普及, 对锂离子电池 (LIBs) 的需求越来越大。此外, 对与风能、太阳能和潮汐能等间歇式能源所产生的清洁电力相关的电池储能的需求也不断增长。LIB 电解液的制造商必须对原材料进行质量保证 (QA), 以便在使用前确保其组成符合所需的规格要求。本研究证明, 采用衰减全反射 (ATR) 采样技术的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪可通过简单的方法快速、可靠地鉴定 LIB 电解液溶剂。该方法也可用于致力于改进电池技术的研发 (R&D) 团队。

## 前言

电解液是锂离子 (Li-ion) 电池 (LIBs) 的关键组分，它能够促进电池工作过程中在阳极与阴极之间的电荷离子转移。LIBs 在成本、容量、充电时间和寿命方面的整体性能在很大程度上依赖于电解液的组成。LIB-电解液含有锂盐、溶剂和添加剂<sup>[1]</sup>。常用的电解液为溶于碳酸酯溶剂（例如，碳酸乙烯酯 (EC)、碳酸二乙酯 (DEC)、碳酸二甲酯 (DMC) 和碳酸甲乙酯 (EMC)）中的六氟磷酸锂 ( $\text{LiPF}_6$ )<sup>[2, 3]</sup>。

电池生产中使用的原材料对 LIBs 的整体性能起着至关重要的作用，因为这些材料会影响最终产品的可靠性和耐用性。为了确保在生产过程中使用合适的原材料，原材料鉴定测试是 LIB 行业中至关重要的 QA 和安全性分析手段。

傅里叶变换红外光谱 (FTIR) 是一种无损分析技术，广泛用于原材料鉴定测试应用。FTIR 通过测量 IR 辐射的吸收，得到样品的特征化学指纹。这种简便易用的技术无需任何样品前处理步骤，能够快速鉴定材料。

本研究采用配备**钻石晶体 ATR 附件**的 **Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪** (图 1) 对常用的 LIB-电解液溶剂进行鉴别验证。本应用简报介绍了使用 **Agilent MicroLab 软件** 创建参考光谱库，并应用基于方法的方案确认各种电解液溶剂的鉴定结果。



图 1. Cary 630 FTIR 光谱仪非常小巧、轻便 (20 × 20 cm, 重 3.6 kg)，易于操作并可根据样品进行放置，确保获得高质量结果

## 实验部分

### 仪器

本研究采用两台配备钻石晶体 ATR 附件的 Cary 630 FTIR 光谱仪。利用位于安捷伦科技有限公司全球解决方案开发中心（新加坡）的仪器创建表 1 中列出的光谱参考库。使用该谱库创建常规的材料鉴定方法。然后将该方法转移至位于澳大利亚墨尔本的安捷伦光谱卓越中心的另一台仪器上，对 4 种“未知”溶剂进行鉴定（图 2）。

### 创建谱库

采用表 1 中列出的化学品创建谱库。使用 MicroLab 软件可以轻松创建、维护并管理谱库。只需几秒即可创建新谱库，并且无论是在创建时还是在其他任意时间，均可直接从结果界面添加光谱。

表 1. 用作光谱标准物质以创建谱库的 LIB 溶剂

溶剂名称	简称	CAS	供应商
碳酸乙烯酯	EC	96-49-1	Sigma-Aldrich Co
碳酸二甲酯	DMC	616-38-6	Sigma-Aldrich Co
碳酸甲乙酯	EMC	623-53-0	Tokyo Chemical Industry Co. LTD
乙酸乙酯	EA	141-78-6	Sigma-Aldrich Co

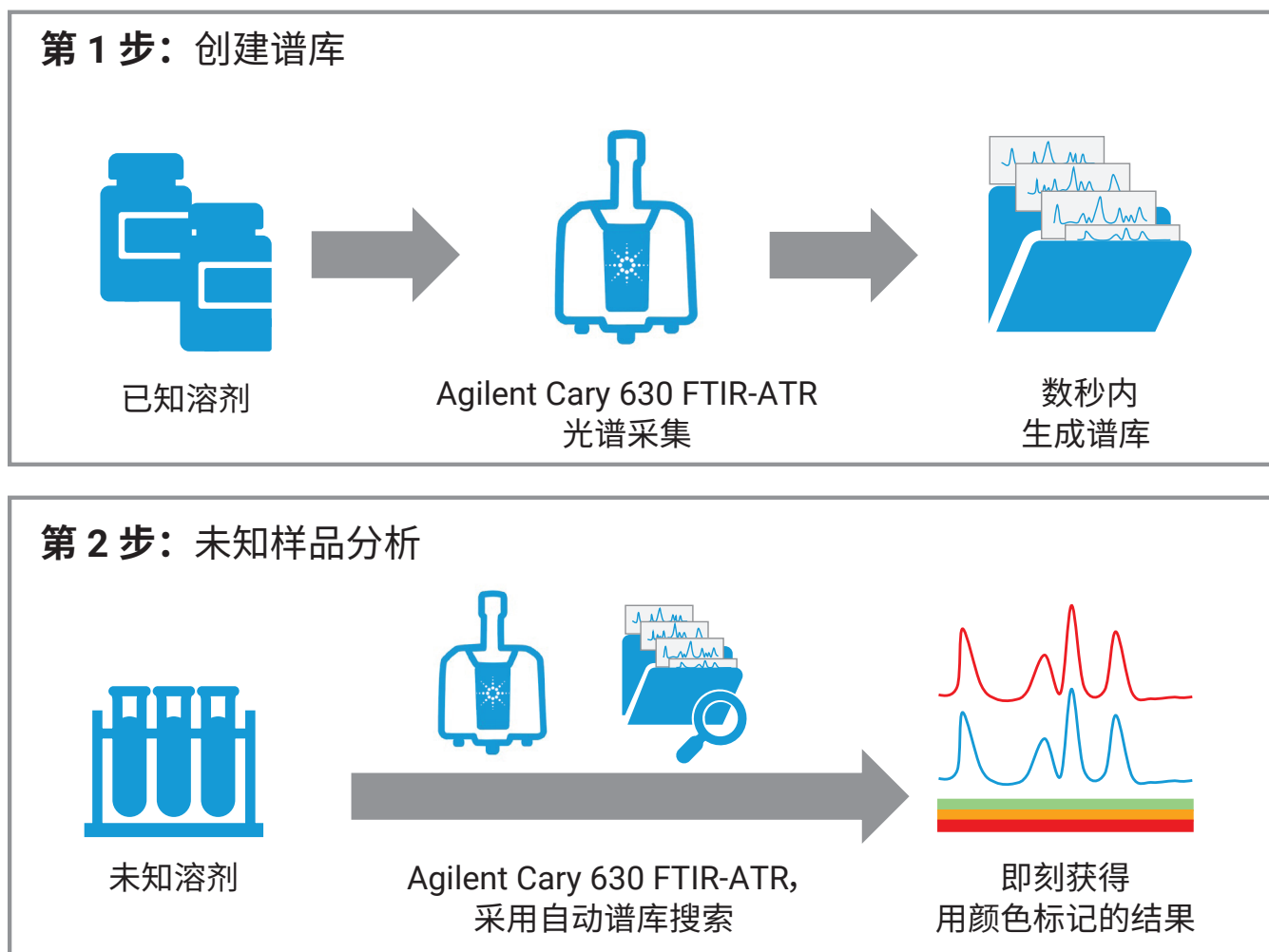


图 2. 使用 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪和 Agilent MicroLab 软件创建用于 LIB 溶剂鉴定的鉴定方法



- 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 3. 使用直观的 Agilent MicroLab 软件，通过 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪获得答案只需三步即可轻松完成。图片式软件减少了培训需求，同时尽可能降低用户引起错误的风险

## 软件

用于 Cary 630 FTIR 光谱仪的 **MicroLab** 仪器控制软件采用可视化界面，可指导用户执行从样品引入到报告生成的各个分析步骤（图 3）。

## 样品

使用 Cary 630 FTIR，通过分析 4 种独立的“未知”溶剂样品（这些样品为市售溶剂，物质名称在容器标签上标明）来测试用户生成的谱库。样品包括两种碳酸甲乙酯溶液、碳酸二甲酯和乙酸乙酯。

## 分析

使用配备 ATR 附件的 Cary 630 FTIR 分析液体样品时，将一小滴样品置于 ATR 晶体上。测量完成后，可以用乙醇将晶体擦拭干净（如有必要）。

仪器操作条件和参数如表 2 所示。

表 2. 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-溶剂谱库
检索算法	相似度
光谱范围	4000–650 $\text{cm}^{-1}$
背景扫描次数	10
样品扫描次数	24
光谱分辨率	2 $\text{cm}^{-1}$
背景校正	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 黄色（中置信度）：0.90–0.95 红色（低置信度）：< 0.90

## 结果与讨论

采用 Cary 630 FTIR 分别分析了 4 种“未知”溶剂。使用相似度算法搜索用户生成的 LIB-溶剂谱库，经鉴定，未知样品 1 和 2 为 EMC，匹配质量指数 (HQI) 分别为 0.99393 和 0.94530。未知样品 3 经鉴定为 DMC，HQI 为 0.97820；样品 4 为 EA (HQI 为 0.99679)，如表 3 所示。

针对每个谱库项目，软件会自动计算 HQI，该值表示实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。分析人员可以在 MicroLab 软件中自行设置基于 HQI 的阈值。

表 3. 使用 Agilent Cary 630 FTIR-ATR、用户生成的 LIB 溶剂谱库和相似度检索算法所获得的 LIB 溶剂鉴定结果

样品名称	材料鉴定结果	匹配质量指数
未知样品 1	碳酸甲乙酯 (EMC)	0.99393
未知样品 2	碳酸甲乙酯 (EMC)	0.94530
未知样品 3	碳酸二甲酯 (DMC)	0.97820
未知样品 4	乙酸乙酯 (EA)	0.99679

### 用颜色标记的结果

为了轻松查看 Cary 630 FTIR 生成的数据，根据用户定义的置信度阈值对获得的每个样品的材料鉴定结果进行颜色标记 (图 4)。

在本研究中，HQI 高于 0.95 的结果标记为绿色，表明光谱匹配结果良好，材料的鉴定结果具有高可信度。如图 4 所示，未知样品 2 的鉴定结果为中等置信度 (HQI: 0.90–0.95)，并将颜色标记为橙色。根据分析目的的不同，中等置信度结果可能向分析人员表明需要进一步研究所测试的溶剂批次。

对结果进行颜色标记使 Cary 630 FTIR 系统成为一种简便易用的一站式解决方案，有助于快速做出决策。样品测量完成后，MicroLab 软件会在屏幕上直接显示最终结果，无需用户进行任何输入。该软件自动执行谱库搜索，并向操作人员提供最终的经颜色标记的结果。



图 4. Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪对 4 种 LIB 溶剂样品的鉴定分析结果 (红色曲线) 以及谱库匹配结果 (蓝色曲线)。表中显示了未知样品 1 至 4 的匹配质量、所用谱库和匹配结果名称 (分别标记为 A 至 D)

## 结论

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪提供了一种简单易用的方法，适用于对锂离子电池 (LIB) 电解液生产中所用的溶剂进行材料鉴定。

Cary 630 FTIR 和 MicroLab 软件有助于快速、轻松地创建 LIB 溶剂谱库，从而快速鉴定 4 种“未知”溶剂样品。

MicroLab 软件根据匹配质量指数 (HQI) 对鉴定结果进行颜色标记，简化了数据审查流程。通过谱库实现了所有 4 种溶剂的准确鉴定，尽管其中 1 种样品被标记为需要进一步研究。

本研究表明，配备 ATR 采样附件的 Cary 630 FTIR 具有出色的灵活性，适用于对 LIB 相关溶剂进行材料确认。Cary 630 FTIR 为 LIB 原材料制造商和 LIB 生产商提供了准确、可靠的材料鉴定方法。它也为致力于开发新一代材料的研发团队提供了支持。

## 参考文献

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>

## 更多信息

- Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪
- Agilent MicroLab 软件
- Agilent MicroLab Expert 软件
- 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](http://www.agilent.com)

DE43896617

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, 2023  
2023 年 7 月 7 日, 中国出版  
5994-6182ZHCN