

Waters™



鋰離子電池材料特性分析解決方案

對電池材料特性進行超級充電，從而提升電池性能及安全性

通過材料表征挖掘鋰離子電池的全部潛力

2015年《巴黎協定》的主要緩解目標是控制二氧化碳 (CO₂) 等溫室氣體排放。實現淨零碳排放的緩解策略包括高效的交通方式，采用可再生能源，以及提高家庭和辦公室的能源效率。提高運輸、工業設備和消費電子產品效率的方法之一是通過采用鋰離子電池技術。

自索尼公司在1991年將鋰離子電池早期用于消費電子產品以來，鋰離子電池在能源效率、功率輸出和安全性方面經歷了巨大的進步，從而助力將該電池技術應用在運輸和能源儲存領域。今天，鋰離子電池比其他高質量的可充電電池技術，如鎳鎘 (Ni-Cd) 或鎳氫 (Ni-MH) 具有更多優勢，包括所有電池技術中能量密度最高的技術之一；為高功率應用提供大電流的能力；以及鋰離子電池不需要日常維護以維持其電池壽命的優勢。由于這些性能優勢，鋰離子電池技術在電池市場上處于主導地位。

由于鋰離子電池技術具有重大意義，2019年，諾貝爾化學獎被授予 John B. Goodenough, M. Stanley Whittingham 和 Akira Yoshino，以表彰他們對鋰離子電池發展的貢獻。在吉野先生的諾貝爾獎接受演講中，他說道："鋰離子電池有望助力實現可持續發展社會[...]。"事實上，近年來鋰離子電池技術在汽車和消費電子市場的迅速應用似乎證實了吉野先生的說法。同時，諾貝爾獎獲得者在接受採訪時非常明確地表示，如果鋰離子電池技術要實現其全部潛力，仍然需要在成本、能量、功率輸出、循環壽命、安全和環境影響等領域進行更多的研究。本文件旨在闡述 Waters | TA Instruments 如何通過提供分析表征和測試的解決方案來支持新電池材料和技術的研發。

Waters | TA Instruments 了解鋰離子電池開發商的材料表征需求，并提供熱分析、微量熱分析、流變學、液相色譜和質譜分析解決方案，以幫助電池研究人員、配方設計師和生產專家開發性能更好、更安全的電池。



鋰離子電池技術和材料特性概述

鋰離子電池由四個主要部分組成 - 陰極、陽極、隔膜和電解質。在一個工作的電池中，鋰離子在放電過程中從陽極流向陰極。在充電過程中，鋰離子以相反的方向流動。每個單獨的電池單元只輸出有限的能量，並經常與其他電池單元組合成電池組。電池組又可以組合成電池模塊，用于需要更多能量輸出的儲能應用，如電動汽車和電網存儲。構成陰極、陽極、隔膜和電解液的材料共同確定了電池的運行時間、安全性、循環壽命、功率、能量密度和成本。因此，對構成電池主要成分的材料進行熱學、流變學和分子特性的分析表征，可以助力提升電池性能和安全性。表1和表2說明了Waters | TA Instruments的分析解決方案可以提供對電池成分和材料進行分析的領域。

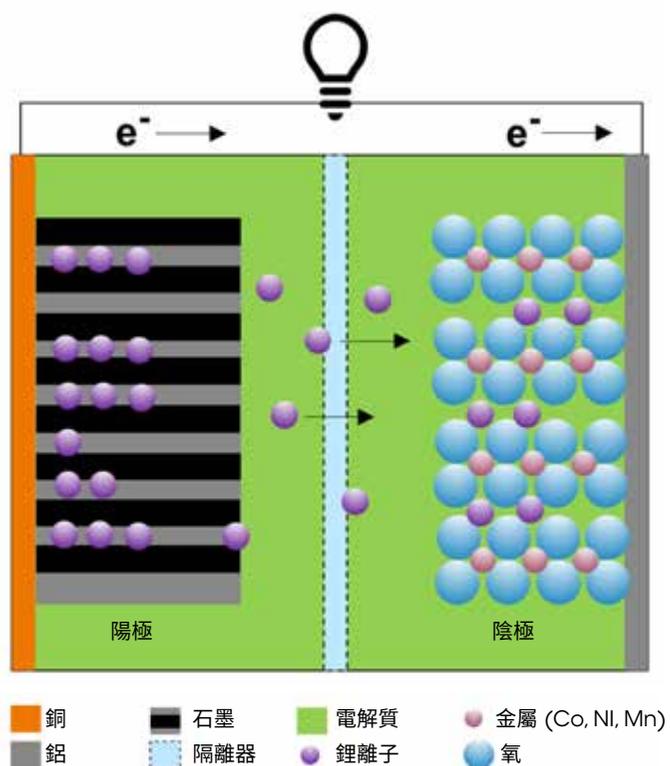


圖 1 鋰離子電池原理圖。陰極、陽極、電解質和隔膜是鋰離子電池的四個主要組成部分。

	應用領域					
	電池組件					
	陽極/陰極	隔離器	電解質	性能與安全性	原材料	電池單元
技術						
TGA	•	•	•	•	•	
DSC	•	•	•	•	•	
SDT	•	•	•	•	•	
TGA-EGA	•	•	•	•	•	
TMA		•		•		
DMA		•		•		•
IMC				•		•
流變學	•		•	•	•	
HRMS		•	•	•	•	
FLASH	•			•		•

表1 材料表征技術可以為電池的四個主要部分、電池單元以及鋰離子電池的應用領域提供材料測試映射技術。

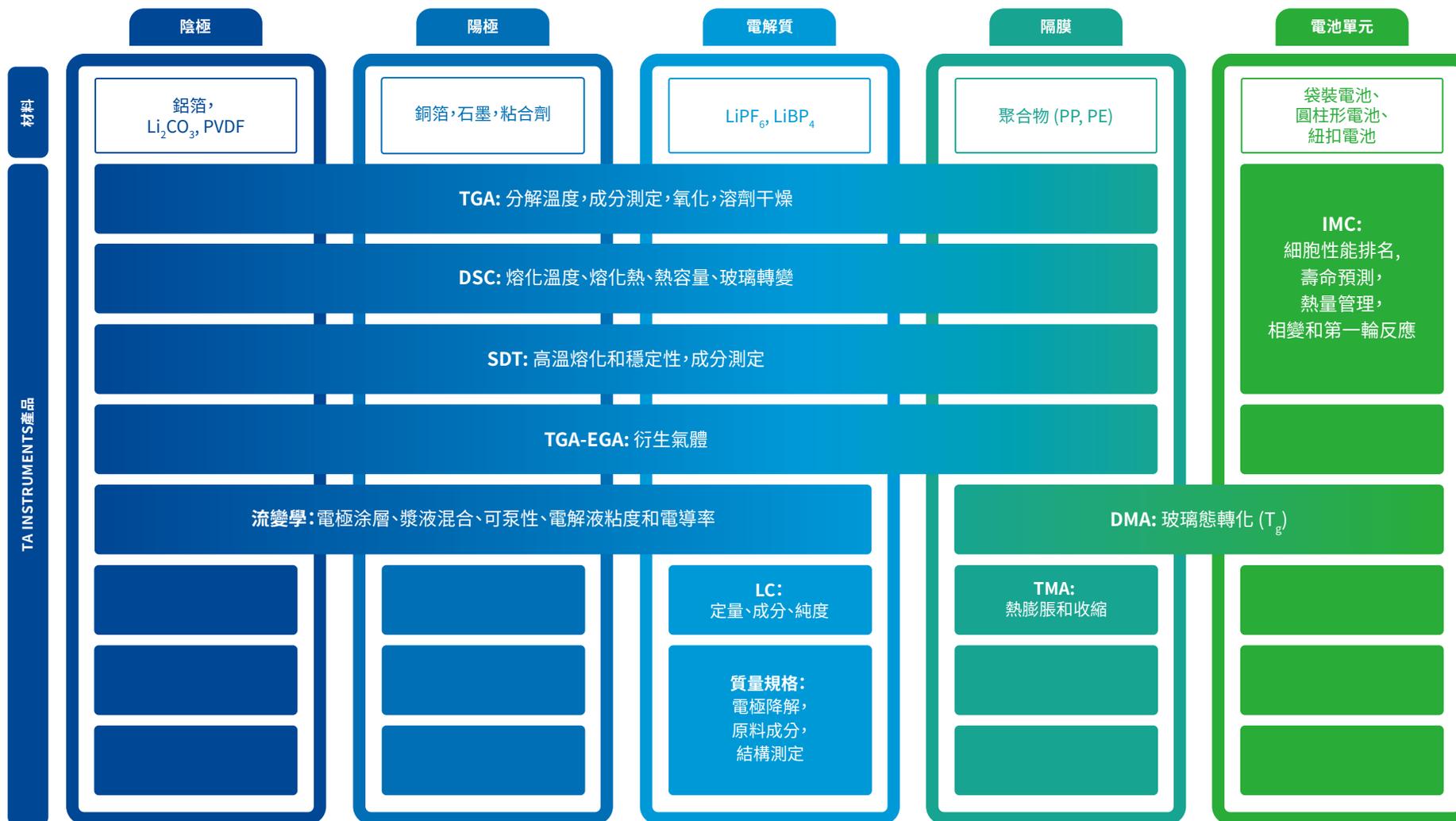


表2 鋰離子電池的四個主要部件和整個電池的材料表征技術提供相應參數以進行分析。

電池材料表征解決方案概述

通過電池熱分析提高其使用壽命、性能和安全性

鋰離子電池在溫度不斷變化的環境中的運行情況。一些溫度變化是電池內部發生的電化學反應所造成的，而另一些溫度變化則來自電池所處的工作環境。因此，溫度變化影響多種鋰離子電池性能，如電池壽命、能量密度、功率輸出和安全性。通過了解電池材料對熱的反應的關鍵特性，熱分析技術分析儀套裝在電池開發中發揮著重要作用。以下熱分析技術為鋰離子電池材料的發展提供了關鍵分析：

熱重分析儀 (TGA)：

按照程序加熱樣品材料，同時用高度敏感的分析天平測量材料的質量變化。當一種材料被加熱、冷卻或保持不變時，樣品的質量可能會發生變化。質量的損失表明可能是由于分解或汽化，而質量的增加表明可能發生氧化、吸附或材料正在與周圍的氣體環境發生反應。熱重分析TGA可測試材料的熱穩定性和氧化穩定性。在電池研究中，熱重分析TGA可提供關於電池材料開始降解的溫度分析，從而助力選擇適當的材料，開發出高性能且壽命長的電池。

熱重分析和進化氣體分析 (TGA-EGA)：

將光譜儀與熱重分析TGA裝置連接做法很常見。這樣允許對熱重分析TGA實驗期間從樣品中散發出來的氣體進行化學分析。最流行的連用光譜儀為質譜儀 (MS)、傅里葉變換紅外光譜儀 (FTIR) 和氣相色譜儀-質譜儀 (GC-MS)。在電池研究中，了解在生產或使用過程中會釋放哪些化學成分 (如果有的話)，可以幫助更好地選擇材料、設計或進行添加劑改造。廢氣分析也有助於進行雜質檢測和故障分析 (如熱失控)。例如，在電池研究中，經常需要進行氧氣的檢測，為此需要配備一臺質譜儀。





電池材料表征解決方案概述

差示掃描量熱儀 (DSC):

DSC測量樣品材料在加熱、冷卻或保持恆溫時吸收或釋放的熱量。通過比較樣品材料和參考材料之間的熱流差來確定熱流。DSC可以助力深入了解電池材料的熱容量、熔點和相變，如結晶行為或玻璃轉化。從而協助進行質量控制，如確認一個聚乙烯批次是否與前一個批次相似，以及檢測可能影響電池運行的關鍵相變。



同步 DSC/TGA (SDT):

集DSC-TGA的技術于一身，助力電池研究人員可以用一臺儀器測量熱流和重量變化數據。該組合可幫助電池研究人員了解電池的相變，如熔點、結晶和玻璃轉化以及材料的熱穩定性。同步儀器也可以與廢氣光譜儀連接。





電池材料表征解決方案概述

熱機械分析儀 (TMA):

TMA使用各種樣品探頭，在溫度上升或等溫條件下測量材料的膨脹或收縮情況。該性能與軟化點、玻璃轉變和熱膨脹系數 (CTE) 的測量有關。TMA在電池研究中的應用之一是研究屏障材料的外形穩定性。



動態熱機械分析儀 (DMA):

動態熱機械分析 (DMA) 測定材料機械性質隨時間、溫度和濕度的變化。這些測量通常用于描述熱事件，如玻璃轉變、結晶、固化和老化，特別是在聚合物材料中。然後，工程師和科學家可以利用這些測量結果，在設計輕質電池時，開發出適當強度、靈活性和耐用性的材料，并在多種操作條件下提高安全性并延長循環壽命。



激光/光閃分析:

激光/光閃瞬態測量技術可提供熱擴散率和熱導率的材料特性或材料內熱傳輸的特性。電池單元在使用時、充電時并可能在儲存時產生熱量。對這種熱量的適當管理將使所有電池部件保持在適當的工作溫度範圍內，從而減少熱失控的風險，優化電池效率和產品壽命。



流變儀：

流變學的研究對象是材料的形變與流動規律。流變儀是一種精密儀器，它以預先編程的方式施加變形，并以粘度和模量的方式測量材料的阻力。用于生產電極的泥漿是固體顆粒、粘合劑和溶劑組成的混合物，在制造過程的不同階段，如儲存、混合、塗抹和干燥，會發生一系列的變形。因此，這些泥漿需要有特定的流變曲線，以形成均勻的、無缺陷的塗層，這對於生產穩定的、高質量的電極來說是必需的，具有較高的批次間重複性和低廢品率。



等溫微熱量測定法 (IMC)：

等溫微熱量測定法 (IMC) 是一種非特異性和非破壞性的技術，用于測量物理化學過程中材料中最小的反應。這是通過測量恒定溫度下樣品的熱流來實現的。在電池研究中，鋰離子電池的等溫量熱法包括三個主要領域。首先，從熱管理的角度來看，是電池的熱輸出。第二是了解活性材料中的結構演變，這是由熵變化所證明的。第三是將熱量從寄生反應中隔離出來，對電池的性能進行排名。可以在被動儲存條件下進行袋裝電池、硬幣、心臟起搏器、手機和圓柱形電池的評估，也可以與電池循環器一起進行。



電池材料表征解決方案概述

高分辨率質譜法 (HRMS) 和液相色譜法 (LC)：

對電解質、添加劑原料及其化學降解的分析理解決定了鋰離子電池的內在性能和安全性。雖然添加劑在電解質溶液中大約只占5%的體積或重量，但它們在促進固體-電解質界面的形成、減少氣體產生、改善長期循環、增強熱穩定性和提高電池安全性方面發揮著關鍵作用。液相和氣相色譜法 (LC和GC) 與質譜法相結合，通過表征電解質原料和化學降解提供關鍵的見解。僅用GC或LC技術分析這些化學成分是很有挑戰性的，因為有些分子是揮發性的，而有些是不揮發性的，還有極性和非極性的。通常情況下，GC和LC被用作互補的分離技術，以識別具有不同揮發性和極性的廣泛的化合物類別。高分辨率質譜 (HRMS) 與超高效液相色譜 (UPLC) 和氣相色譜分離技術相結合，在廣泛的揮發性和非揮發性化學空間內提供分子洞察力，以盡量減少關鍵信息的損失。

高分辨率質譜分析技術 (HRMS)：

該質譜技術通過對分子和碎片離子 (即分子指紋) 進行高分辨率的精確質量測量，促進分子物種的結構闡釋。在高分辨率質譜分析技術HRMS中，精確的質量測量被用來確定未知化學品的元素組成，然後可以用來搜索結構數據庫 (如ChemSpider、PubChem等)，以幫助結構闡明並最終對化合物進行化學注釋。例如，在數據庫搜索中， $C_3H_3FO_3$ 的元素組成和分子碎裂將返回碳酸氟乙酯 (FEC)。在電池應用中，精細化學品可以是揮發性的，也可以是非揮發性的，因此HRMS與非揮發性化學成分的LC分離系統和揮發性有機成分的GC分離系統相連。了解電解質、添加劑及其降解產物可以使電池性能更好、壽命更長、更安全。

超高效液相色譜法 (UPLC)：

一種用於分離樣品中非揮發性化學成分的液相色譜技術，該技術可助力通過質譜和紫外檢測更加輕鬆的進行檢測。與傳統的高效液相色譜 (HPLC) 相比，UPLC模式的液相色譜具有更高的分辨率、速度和靈敏度。通過色譜法分離電池混合物有助於電池研究人員簡化電解液、添加劑和降解產物的複雜混合物，從而更容易實現化學鑒定和定量。

大氣壓氣相色譜法 (APGC)：

一種用於分離樣品中非揮發性化學成分的氣相色譜技術，該技術可助力通過質譜檢測更加輕鬆的進行檢測。傳統的GC-MS利用真空環境下的電子電離 (EI) 來電離化學成分，然後再進行質譜分析，但這種技術會導致所分析的化學品的分子離子過度碎片化，使鑒定變得困難。相反，APGC是一種在大氣壓下進行的軟化學電離，利用更溫和的電離制度，幾乎可以實現完整的分子離子檢測，允許對GC毛細管柱分離的化合物進行結構闡釋和化學定量。最後，通過色譜法分離電池混合物有助於電池研究人員簡化電解液、添加劑和降解產物的複雜混合物，從而更容易實現化學鑒定和定量。



電池材料表征應用實例

陽極材料的TGA熱穩定性和含量

電極需要粘合劑和添加劑，以確保與金屬收集器的適當粘附。對於陽極電極，羧甲基纖維素 (CMC) 是一種常見的粘合劑，苯乙烯-丁二烯橡膠 (SBR) 是一種常見的添加劑，具有靈活性。TGA 測量 CMC、SBR 和石墨活性陽極材料的熱降解溫度和組成。Discovery TGA 的高靈敏度 Tru-Mass Balance 確保準確測量電極中的每種成分。在本試驗中，樣品直接裝載在 TGA 鉑盤上，無需任何樣品制備。

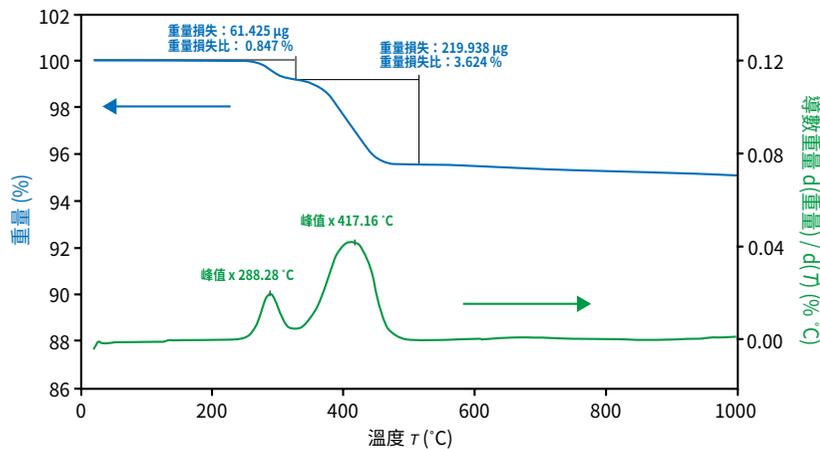


圖 2 TA Instruments Discovery TGA 中石墨陽極的 TGA 曲線。在惰性條件下，以 10 °C/min 的速度將樣品加熱至 1000 °C。石墨陽極材料分別以 CMC 和 SBR 為粘結劑和添加劑。熱重分析表明，石墨陽極材料在大約 288 和 417 °C 之前是穩定的，導致與 CMC 和 SBR 含量相關的重重百分比損失分別為 0.8% 和 3.6%。

總結：

TGA 可測量熱穩定性，並量化陽極中粘合劑和添加劑的用量。TGA 還可以對材料進行質量控制，以確保每批電極中含有相同量的活性材料、粘合劑和添加劑。粘合劑用量不足會影響活性陽極材料與金屬收集器的附著力；粘合劑過多會降低活性物質的含量，影響電化學反應。粘合劑/添加劑比例的優化對於優化電池性能和延長電池壽命至關重要。

碳酸鋰 (Li_2CO_3) 正極前體材料的 SDT

碳酸鋰 (Li_2CO_3) 通常用作鋰離子電池正極材料的前體。需要高溫燒結過程，而燒結溫度會影響鋰鹽的殘留，從而影響電池的效率和循環性能。高溫熱穩定性和相變可以通過 Discovery SDT 650 測量。溶解氣體分析可用於識別 SDT 加熱期間直接測量的廢氣。樣品直接裝載在 SDT 氧化鋁盤上，無需額外制備樣品。

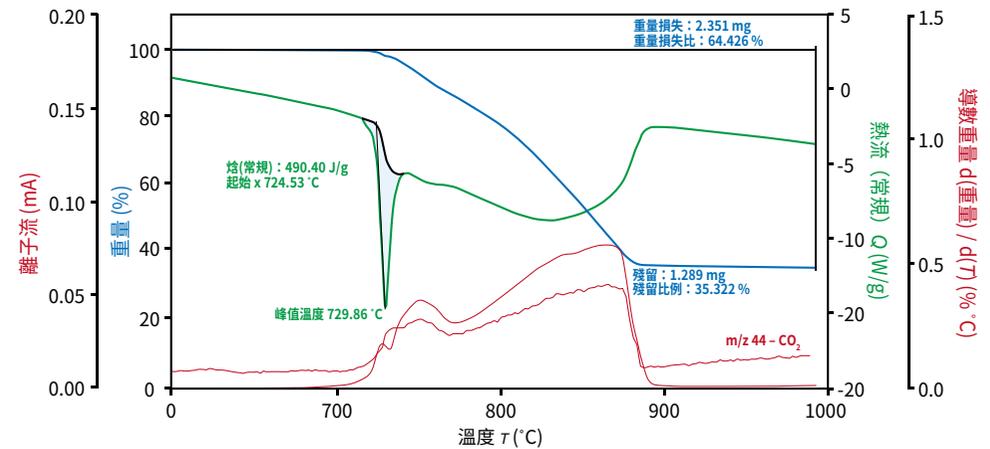


圖 3 在 10 °C/min 的加熱速率下，溫度從 25 °C 到 1000 °C 變化過程中對 Li_2CO_3 的重量和熱流信號進行 SDT 測量。測量到的熔化起始溫度為 724 °C，熱熔為 490 J/g。重量信號表明在融化過程中出現了少量的重量損失，其他研究人員也了解到這一點。圖中也顯示了質譜儀數據，表明在熔化和分解過程中釋放了 CO_2 (m/z 44)。

總結：

SDT 可測量 Li_2CO_3 的熱穩定性和熔融相變。質譜儀檢測到 CO_2 是加熱過程中產生的一種蒸發氣體。記錄到的殘留量約為 35%。如果一些 Li_2CO_3 在陰極生產過程中仍未反應，則會影響電池性能。

熱失控期間電解質的DSC熱穩定性和反應熱量

鋰離子電池的熱穩定性是電池使用中的一個主要關注問題。由于過熱或機械故障導致的電池部件升溫可能會引起熱失控反應并導致鋰離子電池的災難性故障。DSC可用于測量小規模的熱失控反應。在該示例中，使用高壓膠囊測量了電解質中發生的反應。樣品被封裝在手套式操作箱的高壓膠囊中。DSC在氮氣吹掃的情況下運行。

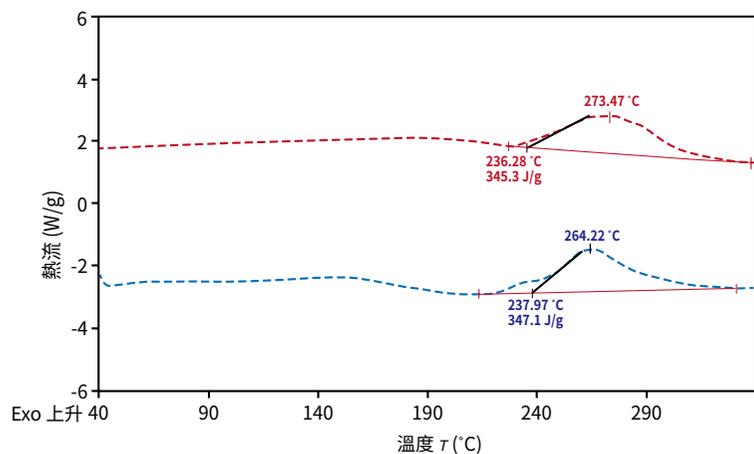


圖4 電解液的DSC曲線，測量放熱分解過程中的起始點、峰值溫度和反應熱量，或等同于熱失控反應。起始溫度表示溫度失控的開始，反應熱量表示失控反應期間的總釋放熱量，這是評估電池安全性能的两个重要參數。

總結：

DSC測量得出的起始溫度和反應熱量數據可用于確保電池熱管理系統將電池的溫度維持在遠低于起始溫度的水平，以防止電池退化并確保安全。

通過電池隔膜的TMA熱膨脹確定取向效應

在鋰離子電池中，隔膜是一種可滲透的微孔膜，是防止兩個電極之間物理接觸的重要組成部分，從而防止短路，但仍允許鋰離子傳輸，這對電池的功能至關重要。Discovery TMA 450可以測量隔膜的外形變化和潛在失效溫度。高靈敏度測量外形尺寸變化可以檢測不同隔膜取向的熱膨脹和收縮。樣品被切成24mm長和2mm均勻寬度，并裝在薄膜和纖維探頭上。通過氮氣吹掃，溫度以3 °C/min的速度從-70 °C升至200 °C。

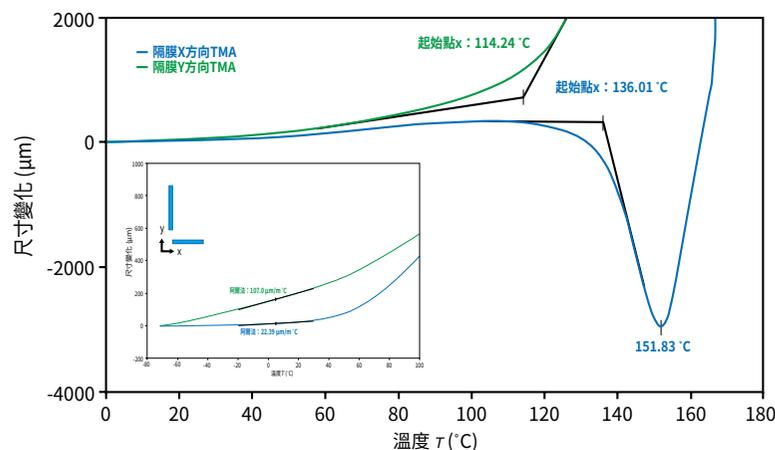


圖5 通過TMA 450薄膜/纖維探針記錄了隔膜在兩個不同方向上的尺寸變化和熱膨脹系數的TMA測量數據。X方向的隔膜在136 °C時出現熱收縮，而在Y方向沒有觀察到熱收縮。X方向的CTE值為22.39 $\mu\text{m}/\text{m} \cdot \text{C}$ ，Y方向的CTE值為107 $\mu\text{m}/\text{m} \cdot \text{C}$ 。在兩個方向上測得的熱膨脹系數的顯著差異表明在隔膜中存在取向效應。

總結：

TMA 450測量儀通過測量隔膜的熱膨脹確定X和Y方向的取向效應。了解取向效應是很重要的，可防止意外膨脹或收縮，從而可能導致電池的機械故障。

電池材料表征應用實例

隔膜的DMA機械特性

任何聚合物的機械性能都與它的結構和形態密切相關。使用TA Instruments的DMA解決方案，可以輕鬆測量溫度、時間和/或濕度的函數，從而提供有關聚合物結構的關鍵信息，並獲得材料在各種條件下的關鍵特性信息。從DMA實驗中獲得的關鍵材料特性如下表所示：

測量技術	定義	重要性
復模量(E*)	整體形變阻力	E* 更高表示整體剛度更強。
彈性或存儲模量(E')	材料的彈性	更高的E'表明在負載和變形下有更好的機械完整性。
粘性或損失模量(E'')	阻尼導致的能量耗散	更高的E''可獲得更高的韌性，但摩擦熱會隨著時間的推移降低材料的外形尺寸穩定性。
Tan delta (tan δ)	整體阻尼由E''/E'得出	為了減少不必要的振動和增加韌性，更高的阻尼是可取的。

表3 從DMA實驗中獲得的材料特性

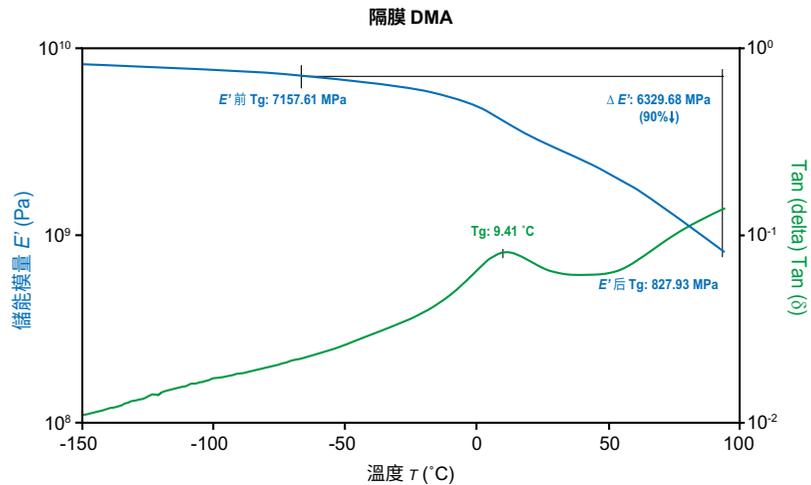


圖6 隔膜薄膜在X方向的DMA測試。注意在9.41 °C時的玻璃轉變，Tg(綠色曲線)，以及在材料發生玻璃轉變時，E'下降90%(藍色曲線)。

在鋰離子電池中，隔膜是一種聚合物材料，可以防止兩個電極之間的物理接觸，從而防止短路。使用DMA對隔膜的機械性能和熱量變化進行徹底表征，以確保電極的可靠隔離，這一點至關重要。圖6顯示了使用Discovery DMA 850儀器測量所得的電池隔膜薄膜的代表性DMA熱普圖。隔膜被

切成15mm長和5.3mm寬的大小，並裝入一個拉伸夾具中。振蕩溫度法利用了振幅為20μm、頻率為1Hz的機械振蕩過程中，從-150到100 °C的5 °C/min的斜坡。

大多數隔膜薄膜是聚合物，並將表現出玻璃轉變性。玻璃轉變溫度(Tg)可通過多種技術進行測量，但DMA是迄今為止最靈敏的測量方式。如圖6所示，使用DMA測量Tg的方法之一是使用tan δ曲線的峰值(綠色)。該測量可以作為隔膜的一個重要表征指標，既可以在研發實驗室加速材料開發，也可以在質量控制實驗室確保批次間的可重複性。

圖6中的數據還顯示，E'(藍色曲線)隨著材料的玻璃化轉變而減少了近90%。有趣的是，當沿著兩個相互垂直的方向測量時，隔膜在E'和E''方面表現出明顯的取向異性。這對於確定隔膜在組裝到電池中的最適當方向是非常有用的信息。

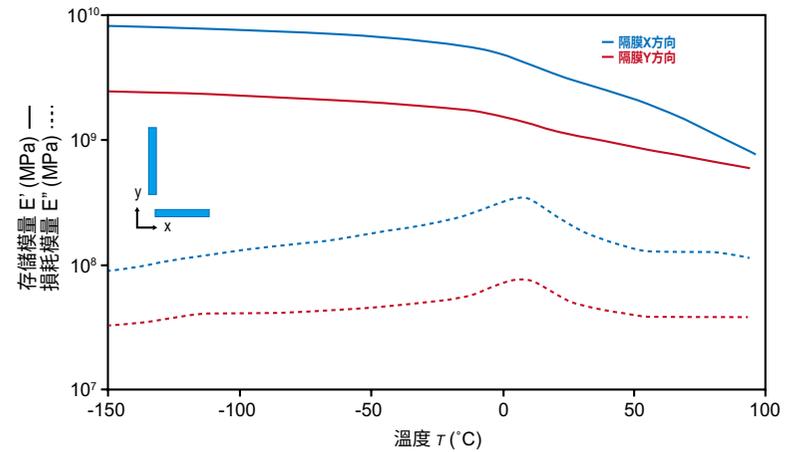


圖7 分離器薄膜在X方向(藍色)和Y方向(紅色)的DMA測試。當沿不同方向測量時，材料的儲存(E')和損失(E'')模量明顯不同。

總結：

TA Instruments的DMA儀器助力用戶準確地測定電池中各種固體成分的模量和Tg。這些測量可以作為一個關鍵的質量控制指標，以確保批次與批次之間的可重複性，以及為電池定義合適的工作溫度範圍。DMA儀器也可用於量化固體材料的機械取向異性，如在隔膜薄膜中觀察到的信息。總的來說，這些測量為設計具有正確的性能和安全平衡的輕質電池提供了關鍵信息。

通過流變學確定電池漿料的粘度

電極泥漿是複雜的、非牛頓流體，是固體顆粒和聚合物粘合劑在溶劑中的混合物。在電極制造過程的不同階段，它們會受到廣泛變化的剪切變形率影響。理想的漿液具有較低的粘度，以達到最佳的混合和涂抹效果（高剪切率），但又具有足夠高的粘度，以便在干燥過程中獲得良好的平整度，并在儲存過程中盡量減少顆粒的沉降和結塊（低剪切率）。

圖8顯示了在TA Instruments的Discovery混合流變儀（DHR）上，不同剪切率下陽極漿液的粘度。樣品在加載到流變儀上之前進行了混合。測量在25°C下進行，從0.01到1000s⁻¹，使用帶有防溶劑揮發裝置的40mm平行板。

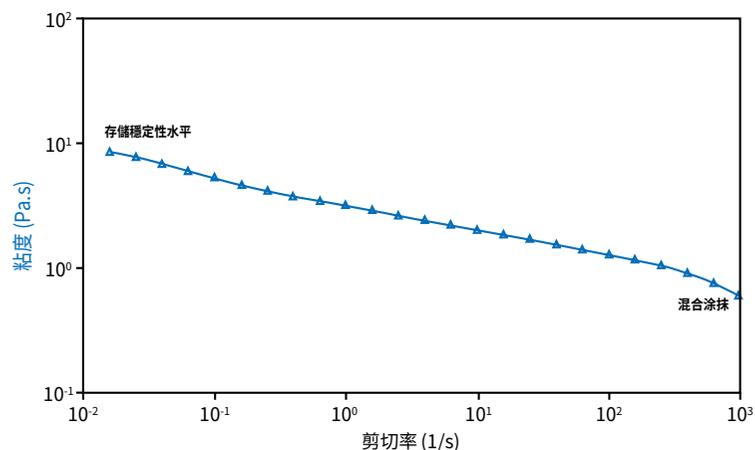


圖8 在50年的剪切速率下，LIB電極漿料的粘度與剪切速率。泥漿表現出剪切稀化行為，粘度隨剪切速率的增加而降低。

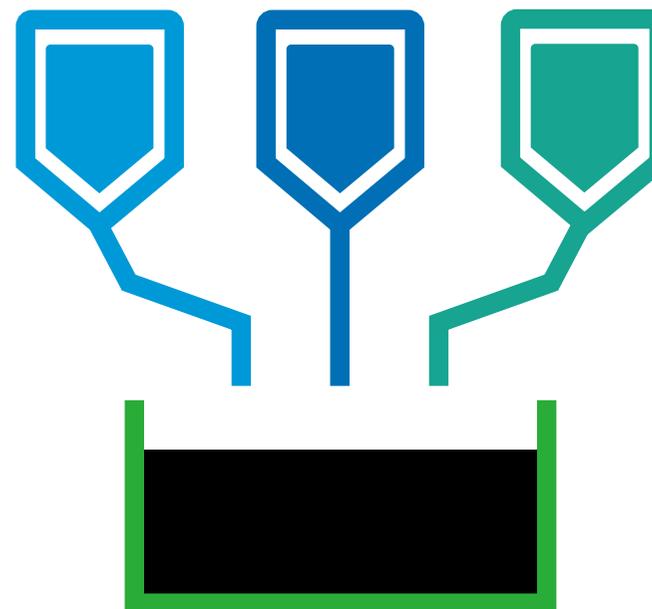
圖8中的數據顯示了在50年的剪切率中測得的泥漿粘度。DHR的高級拖杯電機技術允許在不到20分鐘內完成測量，并直接讀出粘度數值。

最初，在模擬儲存環境中低剪切率條件下，粘度很高，可防止沉淀并減少涂抹前的混合能量。DHR的低扭矩靈敏度確保了在低剪切率區域進行精確、可重復的測量，確保測量數據更加可靠。

隨著剪切率的增加，漿液表現出典型的剪切稀化行為，漿液的粘度下降了近10倍。這對於確保泥漿能夠有效地混合，并在應用於基材時具有適當的流動性是非常重要的。

漿液流變學在成膜階段（低剪切率過程）繼續發揮著關鍵作用，在這個階段，粘度增加的速度（稱為觸變性）確保了涂層的平整度。當需要通過高涂層重量來實現更高的能量密度的電極時，這一點尤其關鍵。

電極漿料



總結：

流變學測量為研究人員提供了可靠的分析工具，助力開發具有更佳性能和可制造性的新配方。了解和控制漿液流變學不僅有助於選擇適當的制造工藝（滾動時涂抹、夾縫式擠壓型涂抹等），而且可以最大限度地提高產量，生產出一致、無缺陷、涂抹重量均勻的薄膜，并與電極接觸良好。由于DHR具有高度直觀的用戶界面，因此測量值可用于研發和制造環境，減少操作員培訓時間，并提高生產效率。

電池材料表征應用實例

測定銅薄膜面內熱擴散率的熱導率

導熱系數是可靠的電池熱管理系統 (TMS) 所需的一個非常重要的參數。閃光測量方式通過比熱和密度測量與導熱系數相關的熱擴散率。閃光導熱分析儀可提供最通用、有效、準確的熱擴散率和電導率測量數據。採用銅薄膜作為陽極集熱器，用 DXF 200+ 測量其面內熱擴散系數。將厚度為 25 μm 的銅薄膜樣品放置在平面夾具上，並在 25 $^{\circ}\text{C}$ 溫度中進行測量。

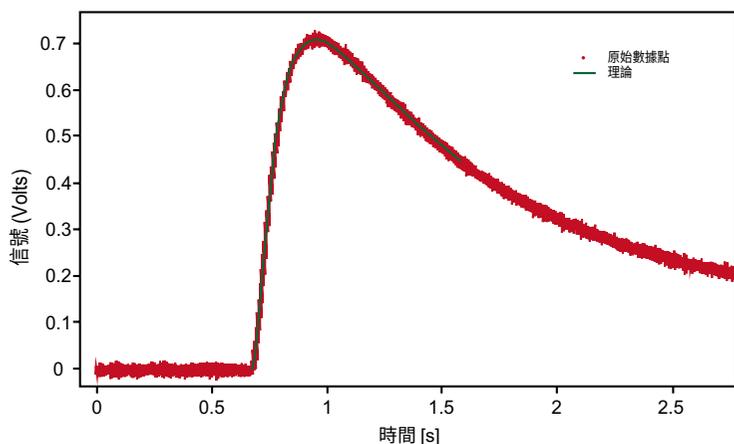


圖9 銅薄膜的熱譜圖(紅色)與鱗理論模型(綠色)非常吻合。測定的熱擴散率為1.17 cm²/s。DXF200+可以精確測量微米級薄膜樣品的面內熱擴散率。測量和分析簡單、直接、可靠。

總結：

使用閃光導熱技術測量的熱擴散率和導熱率結果有助于研究人員了解某些電池組件(電極、塗層和隔膜)的有效性，從而將熱量從電池中散發出去，從而有助于提高電池性能和壽命。

通過等溫微熱量測量方式測定18650鋰電池的寄生功率。

通過測定寄生反應產生的熱量有助于對細胞化學和電解質化學進行排名。該方法已成功地对各種陰極活性材料(LCO、NMC、NCA、LFP)和陽極活性材料(天然和人造石墨、硅)的電解質化學進行了排名。

試樣：18650鋰電池

測量：寄生反應熱量測量

儀器：TAM IV Micro XL

方法：IMC-Cycler測試(恒溫20 $^{\circ}\text{C}$ 和30 $^{\circ}\text{C}$)，在C/10下對電池的全量程(例如3V至4.2V)進行循環10次充電。

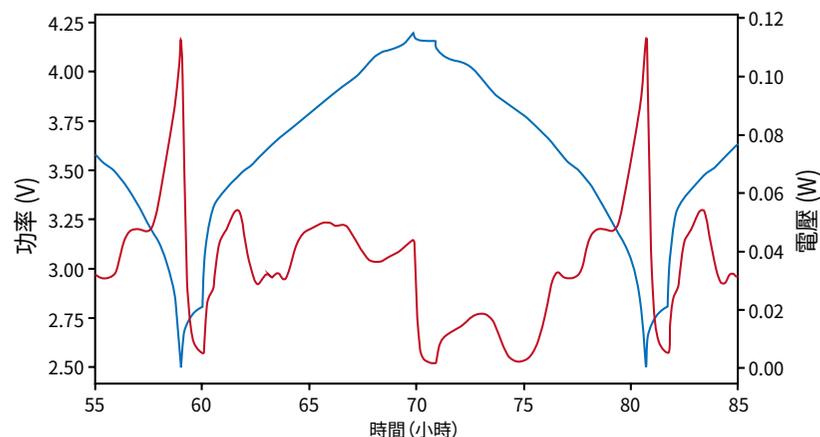


圖10 18650電池的電壓(藍色)和功率(紅色)與時間的原始數據，在TAM IV等溫微量熱儀中以C/10循環。

總結：

可根據提取的電壓和熱流數據計算電池單元寄生反應數據。這種方法已成功用于比較不同的細胞化學成分和大小。TAM IV微量熱儀用于快速排列各種陰極和陽極活性材料(天然和人造石墨、硅)的電解質化學成分。

對電解液和添加劑進行HRMS分析，可了解充電循環期間的降解情況

當電解質和電解質添加劑在鋰離子電池充放電循環中發生降解時，與APGC和LC聯用的HRMS可以為它們提供結構說明信息。主成分分析 (PCA) 等先進的統計方法可以快速識別電池充放電循環之間的顯著差異，並分離出導致這些差異的化學成分。隨後通過HRMS進行的結構分析可以表明電解質和電解質添加劑中發生的結構降解類型。通過了解電解液和添加劑的分子降解，電池研究人員可以開發性能更好、更安全的電池。

試樣	電解質				
儀器	Waters Xevo G2-XS QTof				
入口	ACQUITY I-Class UPLC				
樣品制備	用碳酸二甲酯從已進行充電/放電的電池中提取電解質溶液樣品。				
LC參數	柱: HSS T3 2.1 x 100, 1.7µm				
	進樣量: 1.0 µL				
	流動相A: 5mM 甲酸銨水溶液				
	流動相B: 氫氧化鈉				
梯度		流量 (mL/min)	作為	B	曲線
	起始	0.4	95	5	6
	10	0.4	5	95	6
	15	0.4	5	95	6
	15.5	0.4	95	5	6

表4 UPLC-HRMS實驗條件

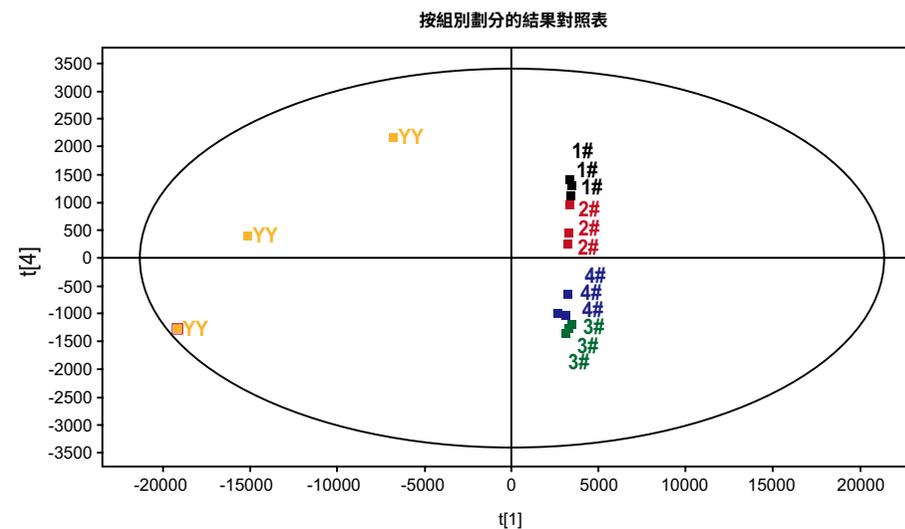


圖11 主成分分析 (PCA) 結果將循環放電 (YY) 前的電解質溶液與經過1、40、180和200次充電循環 (1、2、3、4) 的三份樣品進行比較。

總結：

圖中所示的PCA結果以圖形方式說明了電解質樣品在經歷各種循環充放電時的統計相似性和差異性。通過HRMS結合LC進行分析，以研究非揮發性化學成分。PCA分組使電池研究人員能夠利用質譜的結構解析能力和液相色譜的定量能力，從分子角度理解電解質和添加劑的化學降解性能。對分子降解途徑的了解幫助電池研究人員配制出更好的電解質溶劑，從而生產出更安全、性能更好的電池。

全面的熱分析和流變學軟件解決方案

我們的儀器還配備強大的軟件包，使用創新技術進行儀器控制、數據采集、數據分析，以及熱分析和流變學報告。您可通過直觀的用戶界面進行無縫的實驗編程操作，并在處理實驗與查看和分析數據之間輕鬆轉換。

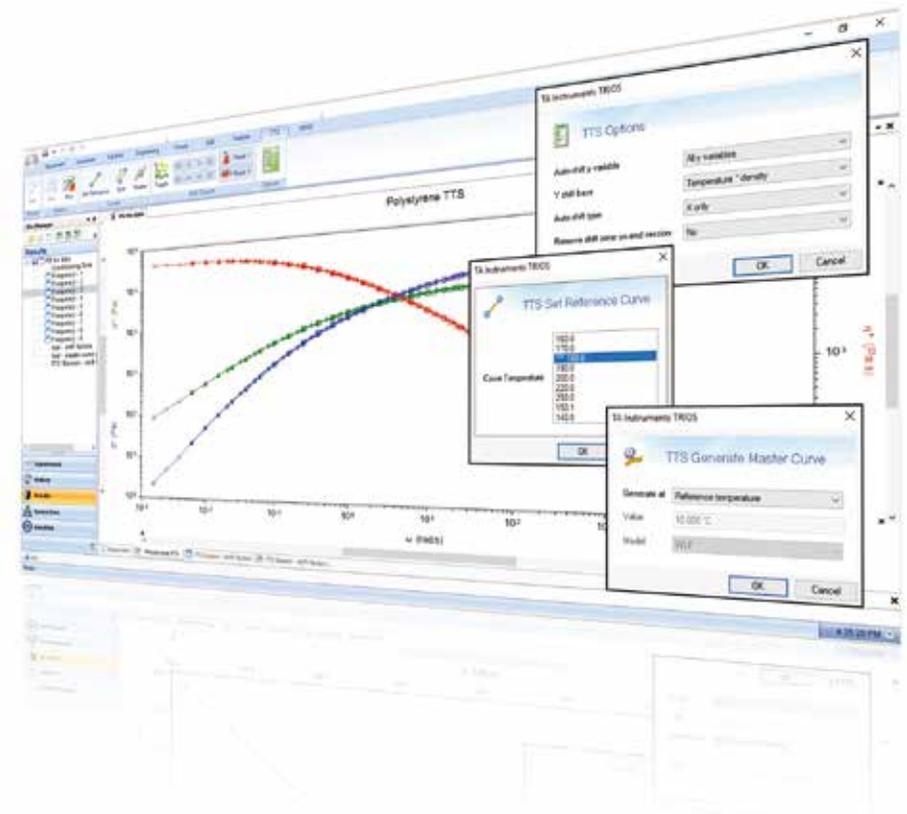
借助自動校準例程、多個校準集、實時測試方法編輯以及實驗室間數據和測試方法共享等出色功能，可提供無與倫比的靈活性，而一鍵分析和自定義報告功能將工作效率提升到全新水平。

報告：使用TRIOS Report功能輕鬆準備數據以進行演示。與各種數據文件組件相對應的拖放元素可以插入到熟悉的文字處理工作區中，允許對所有實驗參數進行清晰簡潔的格式設計。創建后，只需將完整的格式應用于任何數據文件、自動分析和相關細節，從而應用您的測量結果。

分析：將常規分析保存到分析庫中，然后單擊進行應用，從而簡化工作流程并提高生產率。通過保存分析模板共享分析數據，以確保在協作環境中使用準確的參數。

控制圖：在單個文件中方便地存儲和跟蹤數據檔案中的分析結果。檢測數據中的趨勢并標記不可接受的結果，這樣您就可以保持流程運行，從不間斷。

用戶模型和變量：定義自己的分析模型，以便在TRIOS中精確擬合實驗數據。直觀的界面讓你可以完全控制數學函數和可調的擬合參數，而TRIOS可以解決這個問題。保存自定義模型，以便將其快速應用于未來的實驗。每個TRIOS數據文件都包含一組基于儀器類型的標準變量。如果所需變量不可用，請使用用戶變量功能快速創建自己的變量，以獲得所需的結果。



10000 余次的安裝經驗表明，如果用戶得到良好的培訓，系統便可獲得常規預防性維護並且故障和問題也可以得到立即解決，因此能夠提升儀器性能、延長正常運行時間并降低擁有成本。

壽命支持計劃 (LSP) 專為預算適中的用戶打造，讓用戶能夠輕鬆規劃年度訂閱費用，享受全面的技術支持服務，其優勢在於用戶從儀器安裝到整個儀器使用壽命內均可享受不間斷的保障服務。該計劃的優勢：

優化儀器性能

- 為用戶提供良好的培訓
- 最大程度提高正常運行時間
- 免除意外維修費用
- 便于規劃運營支出
- 降低固定資產成本

該支持計劃只能在購買新儀器時或保修到期前簽訂。一旦啟動，LSP每年更新一次，以在儀器的使用壽命內提供不間斷的保障服務。



更多信息

www.tainstruments.com/battery-material-testing



©2022 TA Instruments/Waters Corporation®美國印刷®2022年1月

TA Instruments
159 Lukens Drive
New Castle, DE 19720 U.S.A.
T: 1 302 427 4000
F: 1 302 427 4041
www.tainstruments.com

沃特斯公司
楓樹街34號
美國馬薩諸塞州米爾福德01757
T: 1 508 478 2000
F: 1 508 872 1990
www.waters.com