

Application News

No. SSK-GC-2201

Gas Chromatograph, GC2030NX

GC-FID를 이용한 리튬이온 전지의 전해액 분석

Analysis of electrolyte in Lithium-ion battery by Gas Chromatography

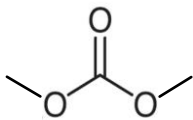
■ 서론

2차전지는 방전된 이후에도 충전을 통해 재사용이 가능한 전지를 말한다. 2차전지는 1900년대 납축전지로부터 개발되기 시작하여, 현재 주로 사용되고 있는 2차전지는 리튬이온 전지이다.

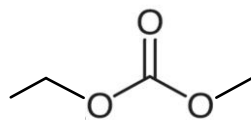
리튬 이온 전지의 구성요소 중 전해질(Electrolyte)은 전지의 양극과 음극 사이에서 리튬 이온의 이동을 가능하게 하는 매개체로 대표적인 전해질로는 전해액(액체전해질)이 주로 사용되고 있다. 이런 전해액은 리튬 염, 유기 용매, 첨가제로 구성되어 있으며, 이중 유기용매는 리튬 염을 용해해 리튬이온의 원활한 이동을 가능하게 해주는 역할을 한다.

전해액에 사용되는 유기용매는 전지의 성능과 직결되는 리튬이온의 이동을 수반하기 때문에 전지의 사용목적에 따라 적절한 유기용매의 선정 및 최적의 조성과 함량 등을 결정한 후, 전지의 제조에 이용되어야 한다. 전해액에 주로 사용되는 유기용매는 유전율 및 점도가 높은 고리형 카보네이트계(ethylene carbonate, propylene carbonate)와 유전율 및 점도가 낮은 사슬형 카보네이트계(dimethyl carbonate, diethyl carbonate, ethyl methyl carbonate)가 혼합된 공용매를 주로 사용한다.

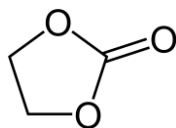
이에 본 뉴스레터에서는 GC-FID를 이용해 리튬 이온 전지의 전해액 중 유기용매로 사용되는 사슬형 카보네이트인 디메틸 카보네이트(Dimethyl carbonate, 이하 DMC), 에틸 메틸 카보네이트(Ethyl methyl carbonate, 이하 EMC) 2종과 고리형 카보네이트인 에틸렌 카보네이트(Ethylene carbonate, 이하 EC) 분석 결과를 소개하고자 한다.



Dimethyl carbonate, DMC



Ethyl methyl carbonate, EMC



Ethylene carbonate, EC

그림 1. 분석 대상 물질의 구조식



그림 2. GC-FID 2030NX

■ 기기 분석 조건

표 1. GC 기기 분석 조건

Model	: Nexis GC-2030
Detector	: FID-2030 flame ionization detector
Analytical Column	: Stabilwax (30 m×0.25 mm I.D., d.f.= 0.25 μm)
Column Temperature	: 40 °C - 30 °C/min - 250 °C (3 min) (Total 10 min)
Injection Temperature	: 250 °C
Carrier gas	: He (2.0 mL/min)
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 50
Carrier Gas Controller	: Constant Linear Velocity
Linear Velocity	: 40.8 cm/sec (He)
Detector Temperature	: 250 °C
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min
Make up Gas	: He 24 mL/min
Injection Volume	: 1 μL

■ 시료 준비

분석 대상 시료는 EC/EMC/DMC=3/4/3 (v/v)에 일부 리튬염과 첨가제가 섞인 전해액을 이용하였으며, 이를 아세톤으로 20 배 희석하여 GC-FID로 분석하였다. 또한 분석 대상 성분의 재현성 평가를 위해 7 회 반복 분석하였다.

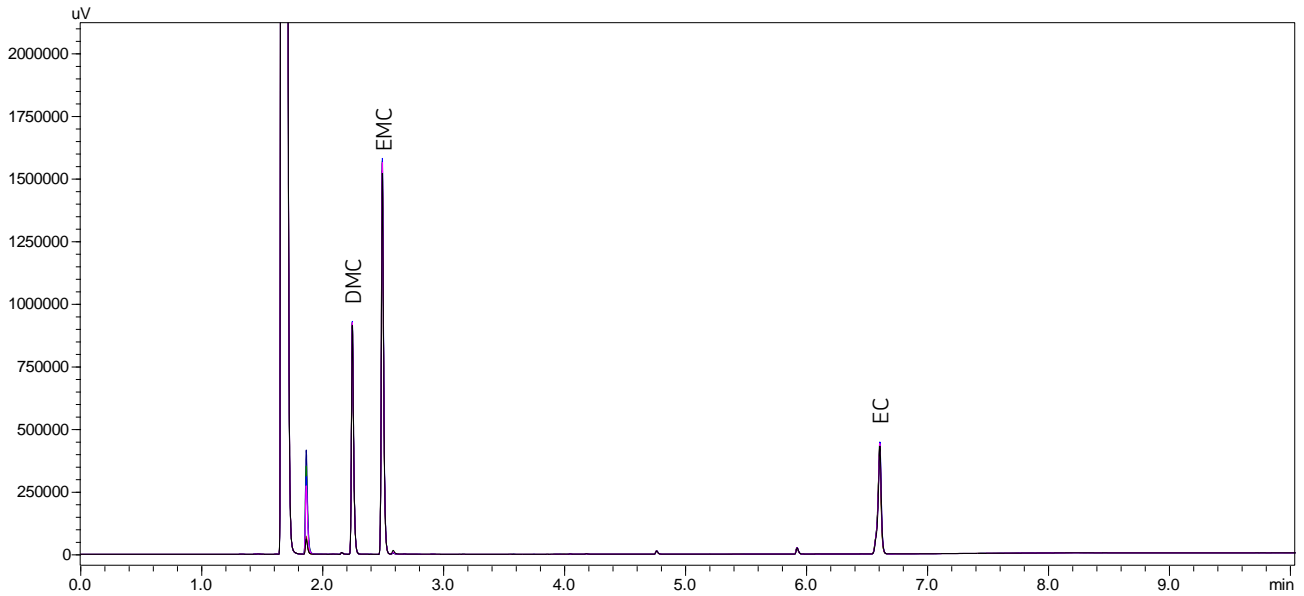


그림 3. GC-FID 이용한 DMC, EMC 및 EC의 분석 크로마토그램 (n=7)

표 2. DMC, EMC 및 EC의 Peak area 재현성 평가 (n=7)

Name	RT (min)	Peak area								RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	7	Average	
DMC	2.249	1,173,375	1,181,868	1,156,068	1,172,456	1,164,867	1,159,938	1,164,013	1,167,512	0.8
EMC	2.497	2,047,217	2,074,405	2,001,014	2,050,882	2,048,073	2,004,838	2,040,013	2,038,063	1.3
EC	6.608	831,145	849,883	803,422	836,689	844,421	804,596	838,022	829,740	2.2

■ 정량한계 및 검정곡선

분석대상물질 3 종에 대해 GC-FID로 분석한 크로마토그램은 그림 3과 같으며, DMC, EMC 및 EC가 차례로 검출되는 것을 확인할 수 있었다. 또한 재현성 평가를 위해 분석 대상 시료를 7 회 반복 분석한 결과, 각 물질 별 Peak area 재현성은 표 2에서 보는 것과 같이 각각 0.8 %, 1.3 %, 2.2 %의 양호한 결과를 보이는 것으로 확인되었다.

■ 결론

GC-FID를 이용해 리튬이온 전지의 전해액 중 유기용매로 사용되는 사슬형 카보네이트 화합물 DMC, EMC 2 종과 고리형 카보네이트 화합물 EC를 분석한 결과, 우수한 선택성과 재현성을 보이는 것으로 확인되었다.

■ 참고문헌

- 1) 최남순 외, 리튬 이온전지의 안전성을 구현하기 위한 난연성 전해액의 설계. 한국전기화학학회지, Vol. 12 No. 3, 203-218, 2009