

Application News

No. M264A-K

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

리튬 이온 충전 배터리 (LIRB)의 전해액 및 방출가스의 분석

Analysis of Electrolyte Solution in Lithium Ion Rechargeable Battery (LIRB) and Evolved Gas from LIRB

리튬 이온 충전 배터리에서 전해액은 유기 용매 (주로 탄산염으로 구성), 전해질 및 첨가제로 구성된다. 반복적인 충·방전 때문에 전해액의 분석 및 성능 저하 평가는 리튬 이온 충전 배터리의 추가 개발을 위해 중요하다. GC-MS는 전해액의 성분 분석 및 반복적인 충·방전으로 인해 생성된 전해액 내 성분 분석에 적용 가능하다. 이 뉴스레터에서는 리튬 이온 충전 배터리의 전해액과 고온으로 유지된 셀에서 발생한 가스 분석을 소개한다.

■ 분석 조건

전해액 분석을 하기 위한 분석 조건은 표 1에 나타냈으며, 셀에서 발생한 가스 분석 조건은 표 2에 나타내었다. 측정하고자 하는 발생 가스는 80 °C 에서 5일간 보관된 알루미늄-합금 리튬 이온 배터리로부터 포집하였다. 가스 타이트 실린지의 바늘 끝을 셀에 직접 주입하여 기체를 실린지에 포집하였다.

표 1. 전해액 분석 조건

Model	: GCMS-QP2010 Ultra		
Column	: Rtx-200MS (RESTEK Corporation) [30 m × 0.25 mm I.D. df=1 μm]		
[GC]		[MS]	
Injection Temp.	: 250 °C	Interface Temp.	: 250 °C
Injection Method	: Split	Ion Source Temp.	: 200 °C
Split Ratio	: 1:100	Ionization Mode	: EI
Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)	Acq. Mode	: Scan
Linear Velocity	: 40 cm/sec	Scan Range	: m/z 35-500
Column Temp.	: 40 °C (3 min) – 8 °C/min – 280 °C (5 min)	Event Time	: 0.3 sec
Injection Volume	: 1 μL		

표 2. 발생 가스 분석 조건

Model	: GCMS-QP2010 Ultra		
Column	: Rt-Q-BOND (RESTEK Corporation) [30 m × 0.25 mm I.D. df=10 μm] + Guard column (RESTEK Corporation) [3 m × 0.32 mm I.D.]		
[GC]		[MS]	
Injection Temp.	: 200 °C	Interface Temp.	: 200 °C
Injection Method	: Split	Ion Source Temp.	: 200 °C
Split Ratio	: 1:30	Ionization Mode	: EI
Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)	Acq. Mode	: Scan
Linear Velocity	: 61.6 cm/sec	Scan Range	: m/z 10-300
Column Temp.	: 35 °C (3 min) – 10 °C/min – 260 °C (5 min)	Event Time	: 0.3 sec
Injection Volume	: 500 μL		

■ 전해액 분석 결과

그림 1은 리튬 이온 충전 배터리 전해액의 분석 결과를 나타낸 것이다. 용매로 사용된 dimethyl carbonate, ethyl methyl carbonate 및 ethylene carbonate 는 질량 스펙트럼

라이브러리 검색으로부터 확인하였다. 그 밖에도 첨가제로 사용된 vinylene carbonate 을 확인하였다.

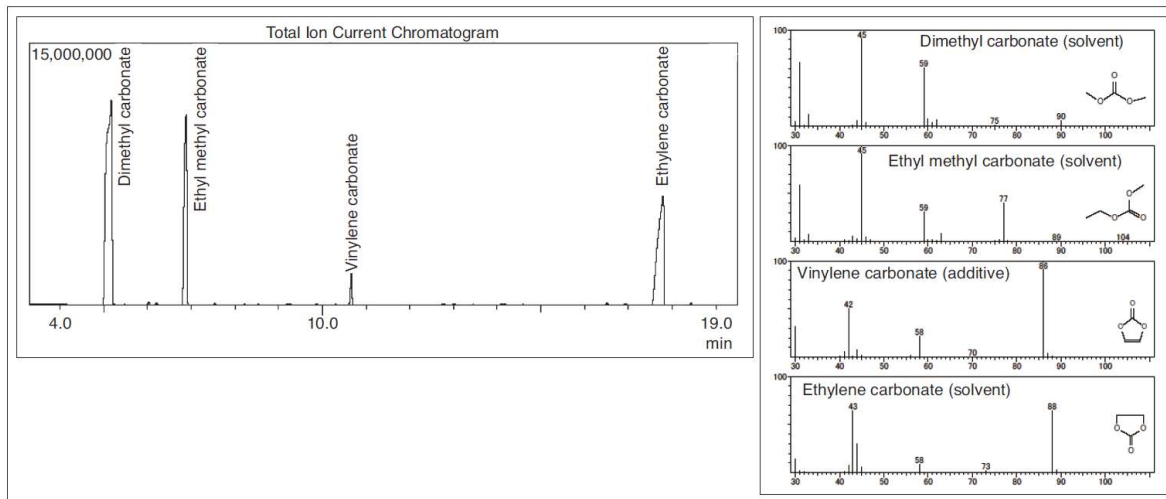


그림 1. 전해질 용액의 총 이온 크로마토그램 (TIC) 과 대상 성분의 질량 스펙트럼

■ 발생 가스 분석 결과

셀에서 발생한 가스를 분석하여 얻은 크로마토그램을 그림 2에 나타내었다. 전해질 뿐만 아니라 변질된 용매 및 첨가제에서

기인한 많은 물질들이 확인되었다. 추가로 불소 화합물을 가지고 있는 전해질도 라이브러리에서 확인되었다.

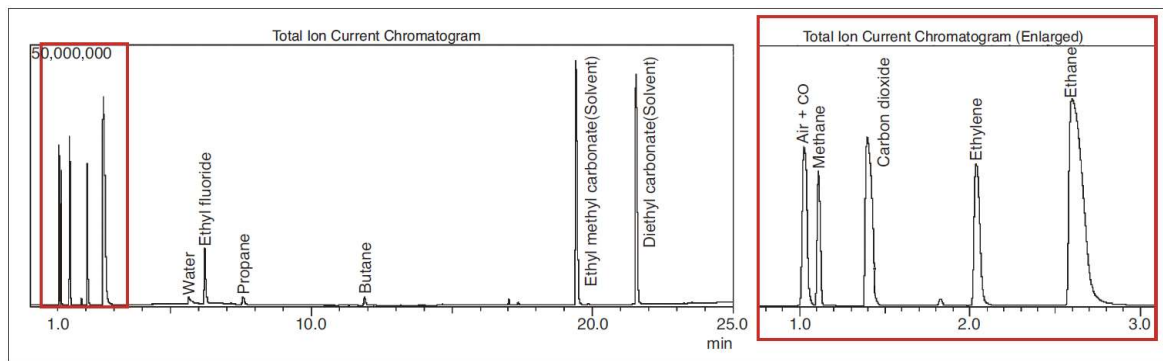


그림 2 리튬 이온 충전 배터리에서 방출된 가스의 총 이온 크로마토그램 (TIC)

■ 유의 사항

흡착제 또는 다공성 고분자로 구성된 PLOT 컬럼은 기체 및 저비점 화합물의 분석에 적합하다. 그러나, 액상을 사용하는 모세관 컬럼에 비해 입자 분산의 위험성이 높아 막힘이나 이온소스 오염의 원인이 된다.

따라서, 입자 분산에 따른 위험을 줄이기 위해서는 PLOT 컬럼의 인터페이스 끝부분에 2~3m 의 가드 컬럼 연결이 필요하다.