

Application News

No. L429K

고속 액체 크로마토그래피
High Performance Liquid Chromatography

컬럼 스위칭 이온 크로마토그래피를 이용한 리튬이온전지 전해액 중
육불화인산리튬 분해물 분석 (2)

User Benefits

- ◆ 리튬이온전지 전해액 중 육불화인산리튬 분해물을 분석할 수 있습니다.

■ 서론

리튬이온 2 차전지용 전해액에 사용되는 육불화인산리튬은 전해액에 포함된 미량의 수분에 의해 가수분해되어 불화물 이온 등을 생성하는 것으로 알려져 있습니다.

대기 중에 방치하여 열화된 전해액을 컬럼 스위칭 이온 크로마토그래피 시스템을 통해 분석한 사례를 소개합니다.

K. Tanaka

■ 표준시료 분석 Analysis of Standard Solution

육불화인산리튬 분해물로 불화물 이온 (F) 외에 monofluorophosphate (PO_3F)를 대상으로 분석했습니다.

Fig.1은 해당 분석을 위해 구축한 컬럼 스위칭 시스템의 Flow Diagram 입니다. 전해액 중 육불화인산 이온 (PF_6)은 분석 대상 성분과 비교 분석 컬럼에 강하게 부착되므로 1 회 분석에 긴 시간이 소요됩니다. 해당 시스템의 경우 컬럼①에서 분석 대상 성분과 PF_6 이 1 차 분리되어 분석 대상 성분만이 컬럼②로 도입됩니다.

해당 시스템의 경우 컬럼①에서 분석 대상 성분과 PF_6 이 1 차 분리되어 분석 대상 성분만이 컬럼②로 도입됩니다.

이후 밸브를 전환하여 컬럼②를 통해 분석 대상 성분을 분리하고 컬럼①에 부착된 고농도의 PF_6 을 드레인으로 배출합니다. 해당 방법을 이용하면 한 사이클 당 분석 시간을 대폭 단축할 수 있습니다.

Fig.2는 표준용액 (F : 1 mg/L, PO_3F : 10 mg/L) 분석 결과이며, Table1은 분석 조건입니다.

Table1 분석 조건

Analytical Conditions	
Column	: ①Shim-pack IC-SA2(G) (10 mm L. × 4.6 mm I.D.) ②Shim-pack IC-SA2 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L NaHCO_3 , 0.6 mmol/L Na_2CO_3 in Water
Flow Rate	: 1.0 mL/min (Pump 1, Pump 2)
Injection Vol.	: 10 μL
Column Temp.	: 30 °C
Detection	: CDD-10A _{SP} (Suppressor)

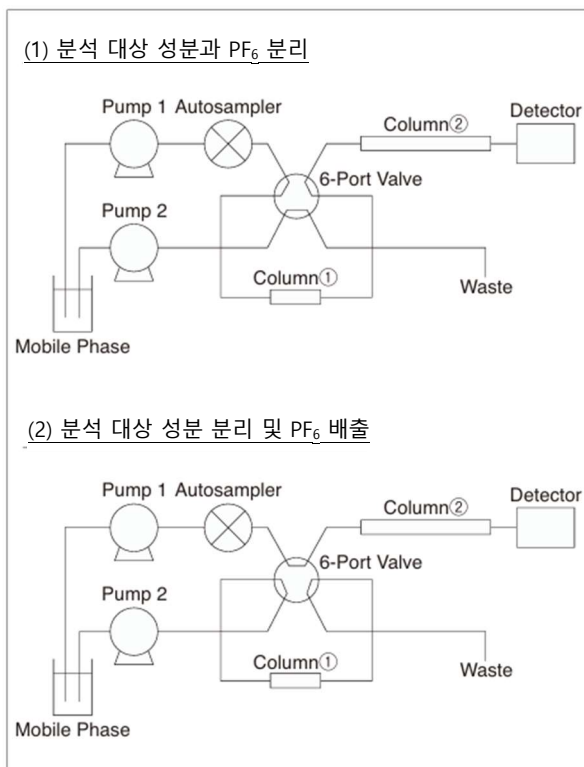


Fig.1 Flow Diagram

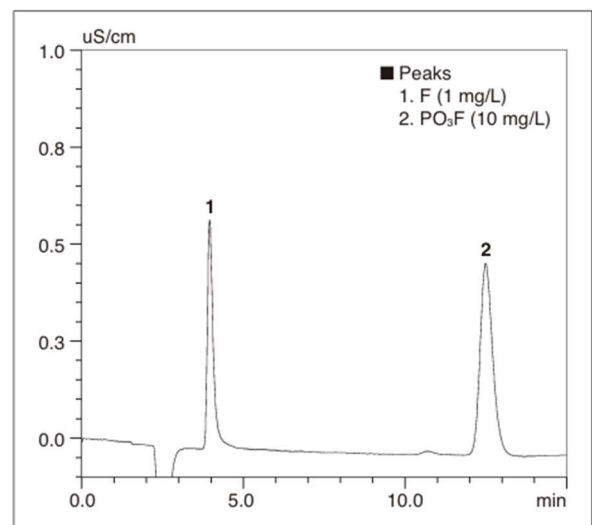


Fig.2 표준용액의 chromatogram

Chromatogram of a Standard Solution

■ 리튬이온 2 차전지용 전해액 분석

Analysis of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery

Fig.3 은 가속 열화 시험 조건이며, Fig.4 는 가속 열화 시험 시 사이클 특성입니다.

Fig.5 와 Fig.6 은 리튬이온 2 차전지용 전해액을 분석한 사례입니다. Fig.5 는 새 제품 전해액이며, Fig.6 은 가속 열화 시험을 진행한 전지에서 분리한 열화 전해액을 분석한 chromatogram 입니다. 각 시료는 정제수로 100 배 희석하여 membrane filter 로 여과 후 분석했습니다.

※ Difluorophosphate ion 의 경우 안정적인 표준품을 입수하지 못해 peak 동정만을 진행했습니다.
또한 chromatogram 상의 불화물 이온과 difluorophosphate, monofluorophosphate ion 이 원래부터 새 제품 속에 존재했는지, 희석 시 생성된 것인지는 확인할 수 없습니다.

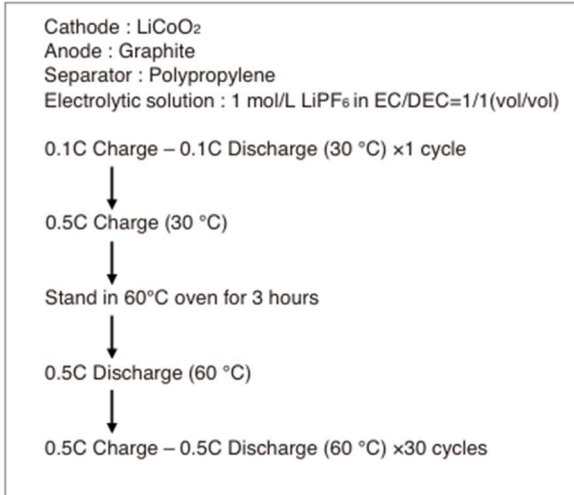


Fig.3 가속 열화 시험 조건

Conditions of Accelerated Deterioration Test

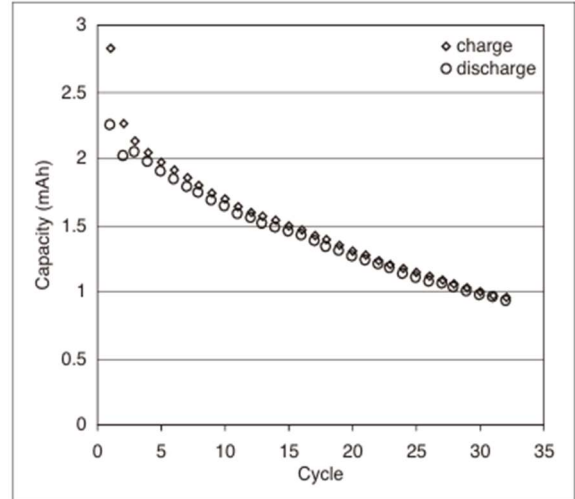


Fig.4 가속 열화 시험 시 사이클 특성

Cycle Characteristics in Accelerated Deterioration Test

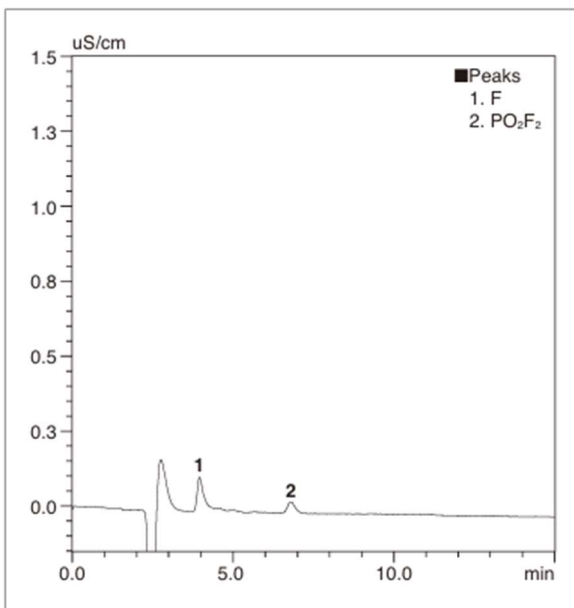


Fig.5 리튬이온 2 차전지용 전해액의 chromatogram (새 제품)

Chromatogram of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery (New)

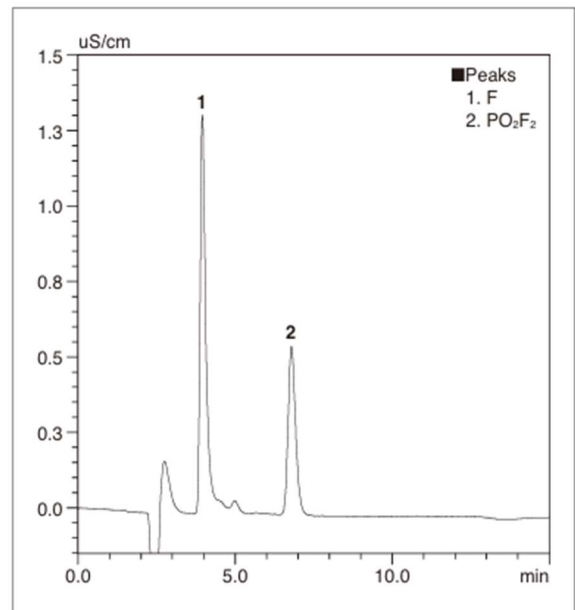


Fig.6 리튬이온 2 차전지용 전해액의 chromatogram (열화품)

Chromatogram of Electrolytic Solution for Lithium-ion Rechargeable Battery (Deteriorated)

연구용으로만 사용하세요. 진단과정에 사용하지 마세요.

본 문서는 해당 국가에서 사용할 수 없는 내용이 포함되어 있을 수 있습니다. 확인이 필요하실 경우 시마즈 사이언티픽 코리아로 문의 바랍니다. 본 문서에 사용된 회사 이름, 제품/서비스 이름 및 로고는 상표 기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 Shimadzu Corporation, 자회사 또는 계열사의 상표 및 상표 이름입니다. 제 3자의 상표 및 상표명은 기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 기업 또는 그 제품/서비스를 참조하기 위해 본 문서에 사용될 수 있습니다. 본 문서의 내용은 어떠한 종류의 보증 없이 "있는 그대로" 제공되며, 제품의 외관 및 사양은 성능 개량을 위해 예고 없이 변경될 수 있습니다. 사진에 포함된 PC 또는 프린터는 별도 구매 제품입니다. 시마즈, 시마즈 사이언티픽 코리아는 본 문서의 사용과 관련하여 직접 또는 간접적으로 어떠한 손해에 대한 책임을 지지 않습니다.