

사용자 활용 포인트

- ◆ 질소 이동상을 사용하여 리튬 이온 배터리 전해질 내 탄산 에스테르 및 첨가제를 높은 분리능과 양호한 반복성으로 분석할 수 있다.
- ◆ 품질 관리 등 일상 분석을 위해 다수의 장비를 보유해야 하는 기관에 공간 절약형 디자인의 Brevis GC-2050-FID는 최적의 장비이다.

■서론

리튬 이온 배터리의 고속 충전/방전 및 배터리 수명 연장 기술이 발전함에 따라 전기 자동차(EV) 및 전력 저장 시스템 등에 사용되는 리튬 이온 배터리의 보급율은 최근 몇 년 동안 증가하고 있다. 리튬 이온 배터리는 전극, 분리막 및 전해질로 구성된다. 구성 요소 중 전해질 (주로 탄산 에스테르) 및 첨가제의 구성 및 순도는 배터리 품질 및 성능을 유지하는데 중요한 역할을 한다.

리튬 이온 배터리 시장이 확대됨에 따라 배터리에 사용되는 전해질 및 구성 요소에 대한 분석은 필수적으로 이뤄져야 할 품질 관리의 핵심 요소가 되었다. 해당 분석은 기체 크로마토그래프 분석 장비로 분석이 가능하며, 품질 관리는 제한된 분석 공간에서 되도록 가능한 한 많은 샘플을 분석할 수 있어야 한다. 이러한 측면에서 Shimadzu Brevis GC-2050는 공간 절약형 디자인 뿐만 아니라 뛰어난 분석 성능을 보이기 때문에 품질 관리 분석에 사용되기 적합한 장비이다.

본 뉴스레터에서는 전해질의 재료로 주로 사용되는 여러 유형의 탄산 에스테르와 첨가제를 Brevis GC2050-FID (이동상 : 질소)로 분석한 결과를 소개하고자 한다.

표 2. 8종 탄산 에스테르 및 첨가제

No.	화합물 이름	약어
1	Dimethyl carbonate	DMC
2	Ethyl methyl carbonate	EMC
3	Vinylene carbonate	VC
4	Diethyl carbonate	DEC
5	Fluoroethylene carbonate	FEC
6	Ethylene carbonate	EC
7	Propylene carbonate	PC
8	1,3-propanesultone	PS

■8종 혼합 표준 물질 크로마토그램 결과

그림 1에 표준 물질 100 ppm의 총 크로마토그램을 나타냈다.

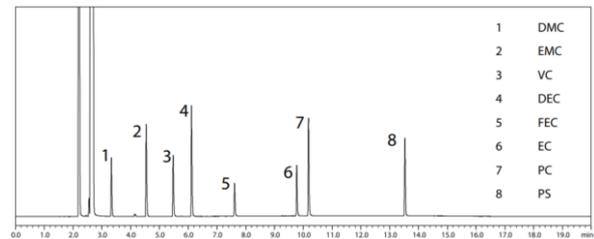


그림 1. 8종 혼합 표준 물질 크로마토그램 (100 ppm)

■분석 조건

분석 조건은 표1과 같다. PTFE 실린지를 사용하였다. (P/N 221-74469)

표 1. 분석 조건

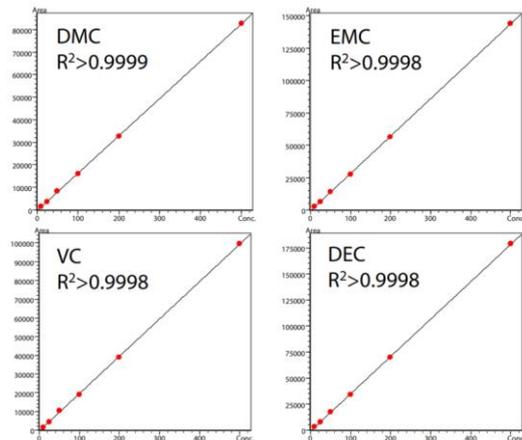
GC Model	Brevis GC-2050
Injection temp.	250 °C
Injection mode	Split 30:1
Carrier gas	N ₂ , constant linear velocity (25 cm/s)
Column	SH-I-5MS (P/N 221-75940-30) (30 m × 0.25 mm I.D. 0.25 μm)
Column temp.	40 °C (3 min) → 10 °C/min → 160 °C (5 min)
Detector	FID
FID temp.	250 °C
Makeup gas	N ₂ , 24 mL/min
H ₂ flow	32 mL/min
Air flow	200 mL/min

■표준 물질 분석

전해질에 자주 사용되는 8종의 탄산 에스테르를 선정(표 2)하여 디클로로메탄으로 희석해 10, 25, 50, 100, 200 및 500 mg/L의 8종의 성분이 포함된 혼합 표준 물질을 제조하여 검량선에 이용하고 반복성을 평가하였다.

■8종 혼합 표준 물질 검량선

그림 2는 각 표준 물질에 대한 검량선 결과를 나타냈다. 모든 표준 물질의 검량선의 R² ≥ 0.9999로 만족스러운 직선성을 보였다. 표 3은 10 mg/L에서 5회 반복 분석(n=5)에 대한 피크 면적 반복성 (% RSD)을 나타냈고, 모든 화합물이 좋은 반복성 결과를 보임을 확인하였다.



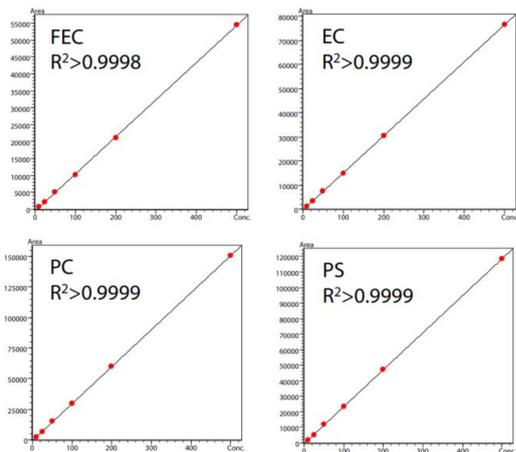


그림 2. 8종 탄산 에스테르 및 첨가제의 검량선

표 3. 피크 면적 반복성 (n=5, % RSD)

화합물	% RSD
DMC	1.28
EMC	0.80
VC	1.03
DEC	1.39
FEC	1.73
EC	1.26
PC	1.16
PS	1.10

■ 전해질 샘플의 정량 분석

시중에 판매되는 다양한 특성의 전해질과 탄산 에스테르가 포함된 리튬 이온 배터리 전해질 샘플 4종을 분석하였다. 표 4는 각 샘플에 포함된 전해질, 탄산 에스테르 및 첨가제 특징을 나타냈다.

샘플은 디클로로메탄으로 1000배 희석하여 분석에 이용하였다. 희석되지 않은 샘플을 이용하는 경우에는 전해질 침전으로 인한 문제가 발생 할 수 있기 때문에 주입구의 인서트나 분석 컬럼 등 장비 소모품에 대한 적절한 조치나 추가적인 유지보수가 필요하다.

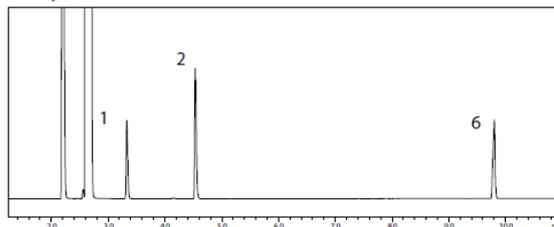
대기 중 수분과 리튬 이온 배터리 전해질의 접촉으로 인해 반응할 수 있는 위험성을 줄이기 위해 전처리는 모두 글러브박스 내에서 진행되었다.

그림 3은 각 샘플의 크로마토그램이고 표 5는 각 샘플에 대한 디클로로메탄 희석 전 탄산 에스테르와 첨가제의 정량 값이다. 그림 3의 크로마토그램에서 피크의 상단에 있는 숫자는 표 5의 번호 열에 해당하는 화합물의 숫자를 표시하였다.

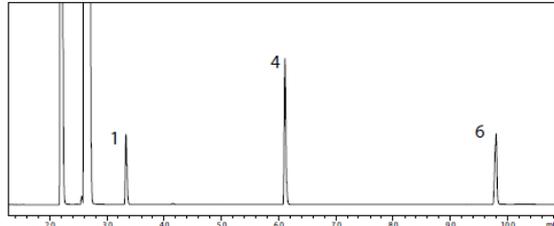
표 4. 전해질 샘플 4종 특징

샘플	전해질	탄산 에스테르 / 첨가제
Sample 1	LiFSI	DMC, EMC, EC
Sample 2	LiFSI	DMC, DEC, EC
Sample 3	LiPF ₆	DMC, EMC, EC
Sample 4	LiPF ₆	DMC, DEC, EC

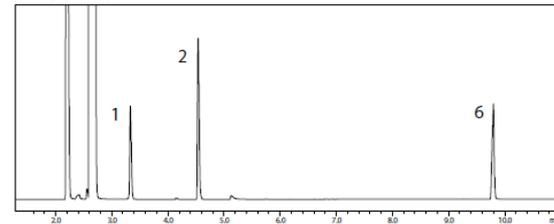
<Sample 1>



<Sample 2>



<Sample 3>



<Sample 4>

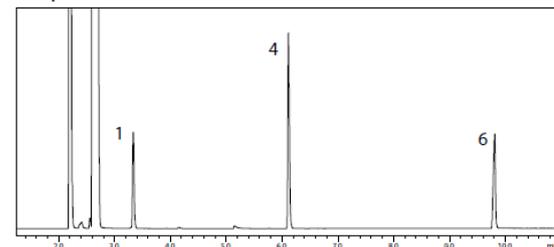


그림 3. 전해질 샘플 4종의 크로마토그램

표 5. 전해질 샘플 4종의 정량 분석 결과 (mg/mL)

No.	화합물	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4
1	DMC	278.7	284.1	291.2	301.9
2	EMC	283.5	-	294.9	-
3	VC	-	-	-	-
4	DEC	-	277.6	-	290.3
5	FEC	-	-	-	-
6	EC	402.8	397.0	402.5	414.5
7	PC	-	-	-	-
8	PS	-	-	-	-

■ 결론

리튬 이온 배터리의 전해질로 사용되는 8종 탄산 에스테르 및 첨가제의 표준 물질을 이용한 분석에서 우수한 분리도의 피크를 확인하였으며 검량선의 직선성 및 반복성 또한 우수한 것으로 평가되었다.

이를 통해 Brevis GC2050-FID가 리튬 이온 배터리의 다양한 전해질 샘플 중 탄산 에스테르 및 첨가제의 정량 분석에 적절한 분석 장비임을 확인하였다.

Brevis는 일본 / 그외 다른 국가에서 Shimadzu Corporation 또는 그 계열사의 상표입니다.

O1-00708-ENK First Edition: Apr.2024



Shimadzu Corporation
 www.shimadzu.com/an/
 Shimadzu Scientific Korea
 www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China. This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2024 SHIMADZU group. All rights reserved.