

Thermische Charakterisierung des Batterieelektrolyts LiAsF₆ – Sichere Handhabung in der Glovebox

Dr. Roland Wetzel, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Batterieelektrolyte spielen eine entscheidende Rolle in der Energiespeicherung und sind ein wesentlicher Bestandteil moderner Batterietechnologien. Diese Substanzen ermöglichen den Fluss von Ionen zwischen den Elektroden, was für die Ladung und Entladung der Batterie unerlässlich ist. In den letzten Jahren hat die Forschung zu Batterieelektrolyten bedeutende Fortschritte gemacht, um die Effizienz, Sicherheit und Lebensdauer von Batterien zu verbessern. Angesichts der zunehmenden Bedeutung von Elektrofahrzeugen und erneuerbaren Energien ist das Verständnis und die Weiterentwicklung von Elektrolyten von zentraler Bedeutung für eine nachhaltige Energiezukunft.

Hierfür müssen Gefahren wie Überhitzung oder thermisches Durchgehen betrachtet werden. Die thermische Analyse bietet die Möglichkeit die thermischen

Eigenschaften wie z.B. Phasenumwandlungen oder Zersetzung dieser Materialien zu charakterisieren.

Vertretend für die zahlreichen Batterieelektrolyte wurde das weitverbreitete Lithiumhexafluoroarsenat (LiAsF₆) mittels simultaner thermischer Analyse auf kalorische Effekte sowie Massenänderungen untersucht.

Messbedingungen

Aufgrund der hygroskopischen Eigenschaften von LiAsF₆ wurde die Probe in der Glovebox unter Argon präpariert, um eine Wasseraufnahme des Materials zu verhindern. Die STA-Messung wurde ebenfalls in einer Argon-gespülten Glovebox durchgeführt.

Detaillierte Messinformation können Tabelle 1 entnommen werden.

Tabelle 1 Messparameter für die Untersuchung in der STA 449 Jupiter®

Parameter	Probe LiAsF ₆
Probeneinwaage	12,1 mg
Tiegel	Concavus® Al, gelochter Deckel
Sensor	TG-DSC c _p , Typ S
Ofen	SiC
Temperaturprogramm	RT bis 600 °C
Heizrate	10 K/min
Gasatmosphäre	Argon
Gasfluss	70 ml/min

APPLICATIONNOTE Thermische Charakterisierung des Batterieelektrolyts LiAsF_6 – Sichere Handhabung in der Glovebox

Messergebnisse

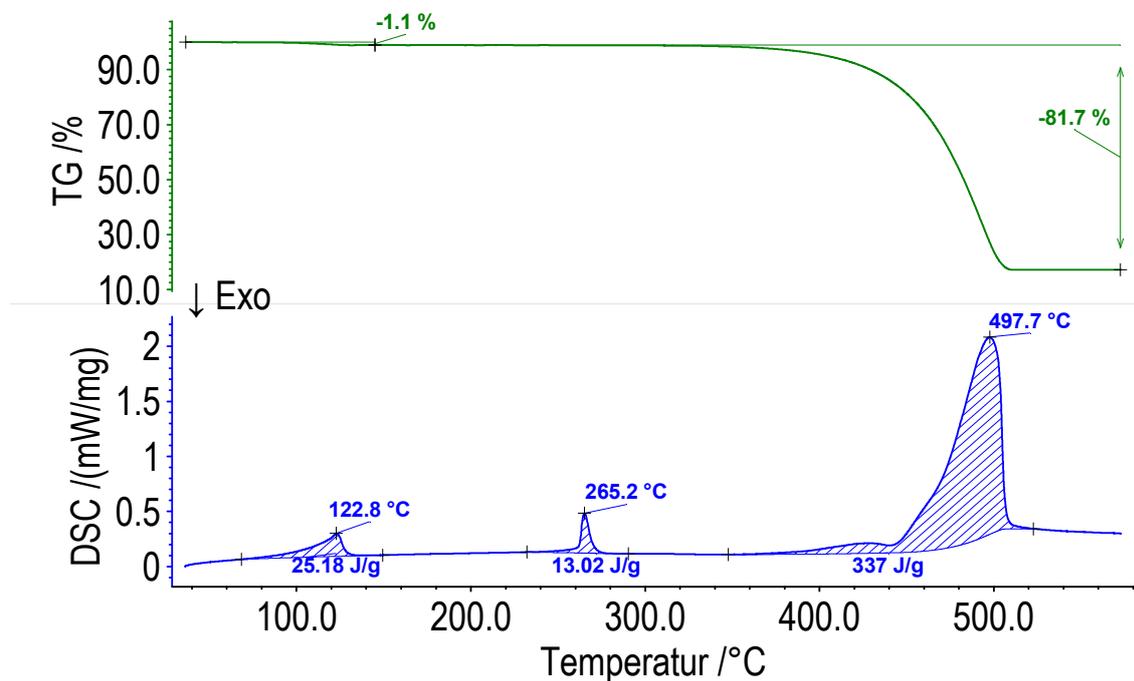
Die TG-DSC Ergebnisse sind in Abbildung 1 dargestellt. Die Massenverlustkurve zeigt zwei Stufen von 1,1 % sowie 81,7 %. Hierbei lässt sich die erste Massenverluststufe vermutlich auf die Abgabe von Feuchte zurückführen. Bei der zweiten Massenverluststufe handelt es sich um die Zersetzung des LiAsF_6 . Aus der DSC-Kurve lassen sich dazu entsprechend zwei endotherme Effekte mit Enthalpien von 25,18 J/g und 337 J/g und Peaktemperaturen von 122,8 °C bzw. 497,7 °C detektieren, die mit den Massenverluststufen übereinstimmen. Zudem tritt bei einer Temperatur von 265 °C eine reversible fest-fest Phasenumwandlung des LiAsF_6 von rhomboedrisch zu kubisch auf¹.

Zusammenfassung

Die Charakterisierung energetischer Effekte sowie der Zersetzung des Batterieelektrolyten LiAsF_6 konnte mit Hilfe der simultanen Thermoanalyse erfolgreich durchgeführt werden. Durch die Möglichkeit, die Probenpräparation sowie die STA-Messung innerhalb einer Glovebox ablaufen zu lassen, können selbst Materialien,

wie das untersuchte Material LiAsF_6 , die sonst mit der umgebenden Atmosphäre reagieren würden, erfolgreich gemessen werden. Anhand der erhaltenen Daten lässt sich erkennen, dass LiAsF_6 bis zur fest-fest Phasenumwandlung bei etwa 265 °C stabil bleibt. Ab Temperaturen oberhalb von 300 °C zersetzt sich das Material unter inerten Bedingungen. Diese Informationen sorgen für zusätzliches Wissen in Anbetracht der potenziellen Gefahren wie Überhitzung und thermisches Durchgehen.

Alle NETZSCH Geräte können innerhalb einer Glovebox betrieben werden, was die Untersuchung von Materialien ermöglicht, die empfindlich auf die Umgebungsbedingungen reagieren oder toxische Eigenschaften aufweisen. Durch den Einsatz einer Glovebox können solche Materialien unter kontrollierten, von der Umgebung isolierten Bedingungen bearbeitet und analysiert werden. So lassen sich experimentelle Ergebnisse erzielen, die ohne diese Schutzmaßnahmen nicht möglich wären, da das Material seine Eigenschaften bewahrt und gleichzeitig der Schutz des Menschen gewährleistet bleibt.



1 Temperaturabhängige Massenverlustkurve (TG, grün) sowie Wärmestromkurve (DSC, blau) der LiAsF_6 -Probe.

¹Gavrichev, K.S., Sharpataya, G.A., Gorbunov, V.E. et al. Thermodynamic Properties and Decomposition of Lithium Hexafluoroarsenate, LiAsF_6 . Inorganic Materials 39, 175–182 (2003). <https://doi.org/10.1023/A:1022102914631>