



Identifizierung von Separator-Material mittels TG-FT-IR

Dr. Carolin Fischer, Applikationslabor Selb



Einleitung

Separatoren spielen in Lithium-Ionen-Batterien eine entscheidende Rolle, da sie Anode und Kathode physisch voneinander trennen und gleichzeitig den Durchgang von Lithium-Ionen zwischen den Elektroden ermöglichen. Als Separatoren werden verschiedene Materialien und Technologien verwendet, um unterschiedliche Sicherheits-, Leistungs- und Kostenanforderungen zu erfüllen. Eine häufig verwendete Materialgruppe von Separatoren in Lithium-Ionen-Batterien sind die Polyolefin-Separatoren, da sie chemisch resistent gegenüber dem Elektrolyten, einfach herzustellen und relativ kostengünstig sind.

Bei Wettbewerbsstudien können eine Charakterisierung und Identifizierung der Separatoren entscheidend sein, um die Qualität zu gewährleisten und die Leistung einer Batterie zu verbessern.

Zwei verschiedene Separatorfolien wurden mittels TG-FT-IR-Technik untersucht, um das Zersetzungsverhalten zu bestimmen und auf die Zusammensetzung schließen zu können.

Messung und Diskussion

Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1 Messparameter

Gerät	NETZSCH TG <i>Libra</i> [®] mit dem Bruker FT-IR <i>INVENIO</i>
Temperaturprogramm	RT bis 850 °C
Heizrata	10 K/min
Spülgas	Stickstoff, 40 ml/min
Tiegel	Al ₂ O ₃ , 85 µl, offen

APPLICATIONNOTE Identifizierung von Separator-Material mittels TG-FT-IR

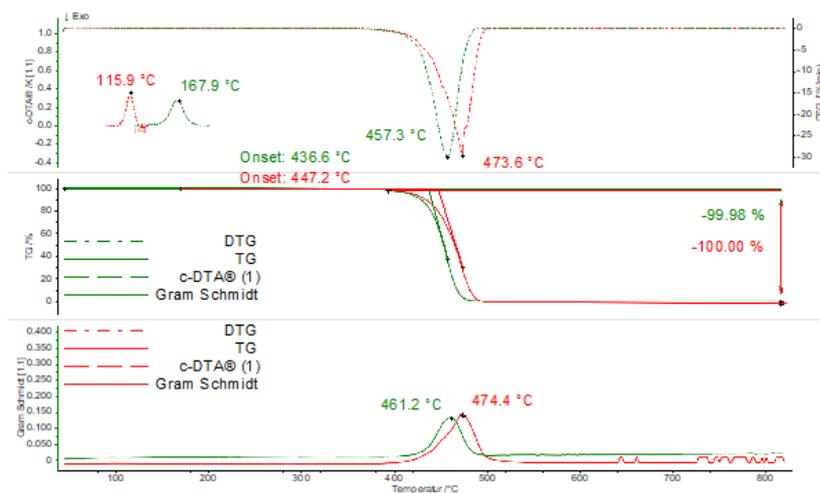
Abbildung 1 zeigt einen Vergleich der TG-Kurven (Probe A grün, Probe B rot) zwischen zwei Separatorfolien. Beide Proben wurden unter inerter Atmosphäre auf 850° C aufgeheizt, was zu einer vollständigen Pyrolyse führte. Es konnte kein pyrolytischer Kohlenstoff oder Aschegehalt festgestellt werden. Ein Unterschied im Zersetzungsbeginn konnte anhand der Onsettemperaturen (437 °C bei Probe A und 447 °C bei Probe B) festgestellt werden. Es ist daher wahrscheinlich, dass für die Herstellung der beiden Trennfolien zwei unterschiedliche Materialien verwendet wurden. Mit Hilfe der *c-DTA*®-Funktion konnten zusätzlich die Schmelzpunkte beider Proben bestimmt werden. Auch hier wurde ein signifikanter Unterschied von 116 °C zu 168 °C festgestellt.

Das Schmelzen eines Separators ist ein wichtiges Sicherheitsmerkmal von Batterien. In modernen Batterien haben viele Separatoren eine so genannte „Abschaltfunktion“. Das bedeutet, dass der Separator bei

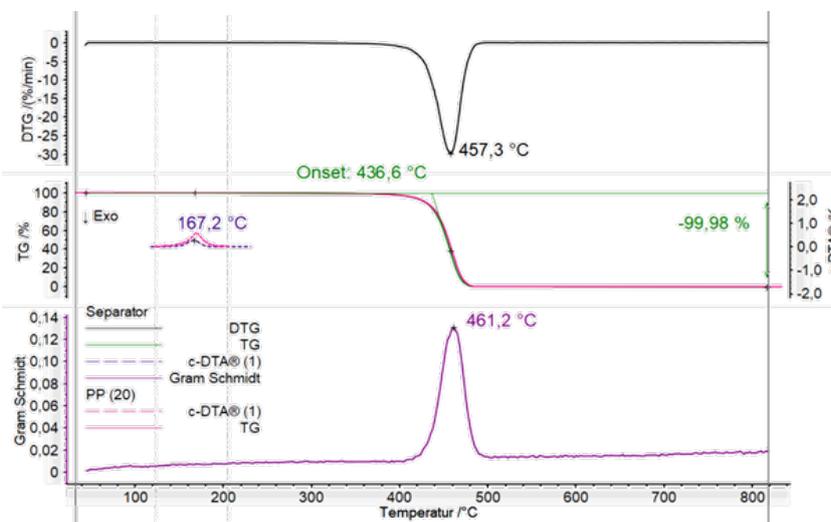
Überhitzung schmilzt oder seine Poren schließt, den Stromfluss unterbricht und so die Batterie schützt, bevor es zu einem gefährlichen thermischen Durchgehen kommen kann.

Die Gram-Schmidt-Kurven zeigen die gesamten IR-Intensitäten und zeigen gute Korrelation zu den TG- und DTG-Kurven.

Die Identifizierung des Separatormaterials wird beispielhaft für Probe A durchgeführt. Die *Identify*-Funktion der *Proteus*®-Software enthält mehrere 1000 Messdaten verschiedener thermischer Analysemethoden und verschiedene Materialklassen, die mit den aktuellen Daten verglichen werden können. In diesem Beispiel werden die TG-Kurve und der durch *c-DTA*® ermittelte Schmelzpunkt der Probe A den Daten der Polymerbibliothek gegenübergestellt. Sie zeigen eine hohe Ähnlichkeit mit Polypropylen (pinke Kurven), siehe Abbildung 2.



1 Temperaturabhängige Massenänderung (TG), Massenänderungsrate (DTG), die *c-DTA*® Kurven und Gram-Schmidt-Kurven der Separatoren A (grün) und B (rot).



2 Temperaturabhängige Massenänderung (TG), Massenänderungsrate (DTG) und die Gram-Schmidt Kurve von Separator A verglichen mit dem *Identify*-Ergebnis für Polypropylen.

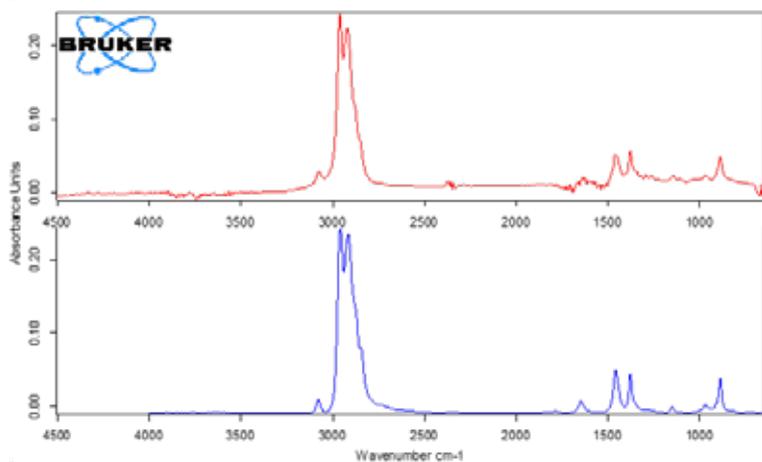
APPLICATIONNOTE Identifizierung von Separator-Material mittels TG-FT-IR

Als zweiter Beweis wurden die durch FT-IR bei 462 °C ermittelten Gasphasenspektren mit denen der NETZSCH-TG-FT-IR-Datenbank der Polymere verglichen, die Pyrolysespektren aller typischen Polymere enthält. Auch hier wurde eine hohe Ähnlichkeit mit Polypropylen festgestellt, siehe Abbildung 3.

Vor einer TG-FT-IR-Messung kann auch ein ATR-IR-Spektrum zur Identifizierung beitragen. Die Trennfolie wurde auf den ATR-Diamantkristall gelegt und ein Festphasen-IR-Spektrum aufgenommen, siehe Abbildung 4. Hier ergab der Bibliotheksvergleich ebenfalls eine hohe Ähnlichkeit mit Polypropylen, wie in Abbildung 5 dargestellt.

Zusammenfassung

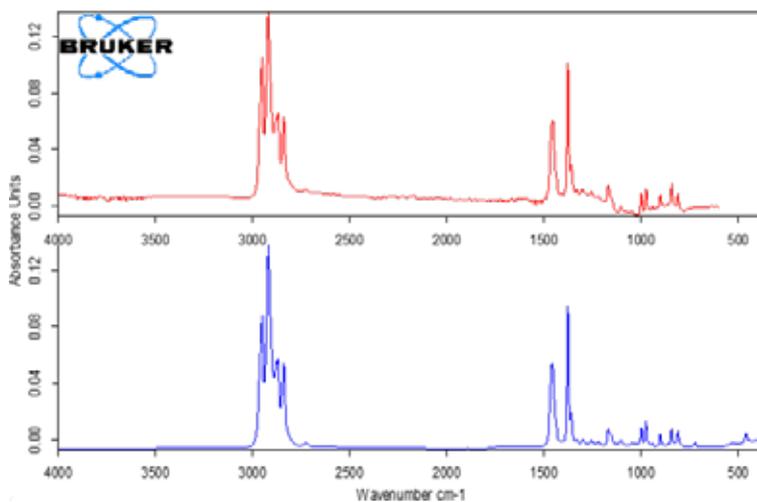
Die Kombination aus einer Thermowaage (TG) mit einem FT-IR-System lieferte einen komplementären Satz von Messdaten, wie Schmelzpunkt, Zersetzungsverhalten, Aschegehalt, Füllstoffgehalt und die Identifizierung der freigesetzten Gase aus nur einer Probenmessung. In diesem Beispiel konnten die thermische Stabilität und das Material von Separatorfolien mit Hilfe der *Identify*-Datenbank, der TG-FT-IR-Datenbank der Polymere und dem ATR-Spektrum des Feststoffs mit nur einem Messgerät bestimmt werden.



3 Vergleich des gemessenen FT-IR-Spektrums der Probe A bei 462 °C (rot) mit dem Pyrolysespektrum von Polypropylen (blau).



4 Bruker *INVENIO* Spektrometer ausgestattet mit einer ATR-Einheit



5 Vergleich des gemessenen ATR-Spektrums der Probe A (rot) im Vergleich zum ATR-Datenbank Spektrum von Polypropylen (blau).