

La tecnología de las baterías está mejorando, a la par de la demanda de más dispositivos portátiles y el deseo de un mejor almacenamiento de energía durante períodos más prolongados entre la carga y el cambio de las baterías. Un rendimiento mejorado requiere un mayor control de los materiales utilizados y sus propiedades físicas, incluida la distribución del tamaño de las partículas. En este estudio se utilizó el analizador de tamaño de partículas por difracción láser LA-960 para realizar mediciones de distribución del tamaño de partículas en diversos materiales utilizados en la creación de baterías de iones de litio.

Introducción

Las baterías que contienen litio incluyen baterías de litio desechables (primarias), baterías recargables (secundarias) de iones de litio y baterías recargables de titanato de litio. Las baterías de litio desechables tienen litio metálico o compuestos de litio como ánodo. Las baterías recargables de iones de litio utilizan un compuesto de litio intercalado como material del electrodo. Una batería de titanato de litio es una batería de iones de litio modificada que utiliza nanocristales de titanato de litio en la superficie del ánodo.

A continuación se muestra una lista parcial de los materiales de cátodos y ánodos utilizados en las baterías de litio:

La distribución del tamaño de partículas (PSD) de los materiales utilizados para fabricar estas baterías se prueba tanto en entornos de I+D como en control de calidad para la aceptación del producto, ya que normalmente existe una

Cathode Material	Lithium cobalt oxide LiCoO_2
	Lithium nickel oxide LiNiO_2
	Lithium manganese oxide LiMn_2O_4
	Lithium iron phosphate LiFePO_4
Anode Material	Carbon C
	Lithium Li
	Lithium titanate Li_2TiO_3



especificación PSD para el material. Influencia del tamaño de las partículas tanto la capacidad como la eficiencia de culombio. La reducción de la PSD aumentará el área de superficie específica, lo que cambiará características importantes de la batería, pero esto también cambiará el tamaño de los huecos entre las partículas de los electrodos, lo que reducirá la capacidad de la batería..

Experimental

Óxido de Litio y Cobalto

El óxido de litio y cobalto (LiCoO_2) ha servido como material catódico arquetípico para baterías secundarias de iones de litio desde la década de 1980. Se analizaron cinco lotes diferentes de polvo de óxido de cobalto y litio para usar como material catódico en el analizador de tamaño de partículas LA-960. El polvo se dispersó en agua que contenía hexametáfosfato de sodio al 0.2%. Esta fue una prueba estándar de pasa/falla para determinar si el material cumplía con la especificación de tamaño de partícula del material entrante. Los resultados de los diferentes lotes se muestran en la Figura 1 y la Tabla 1.

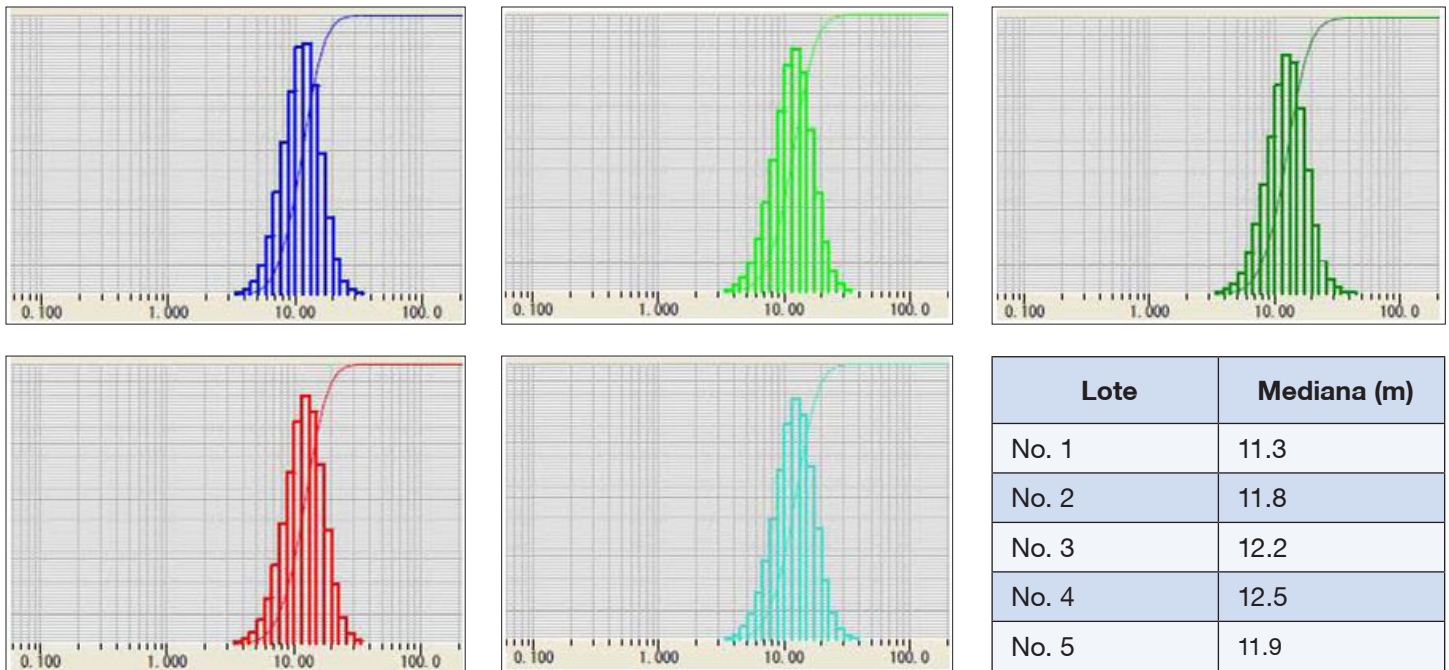
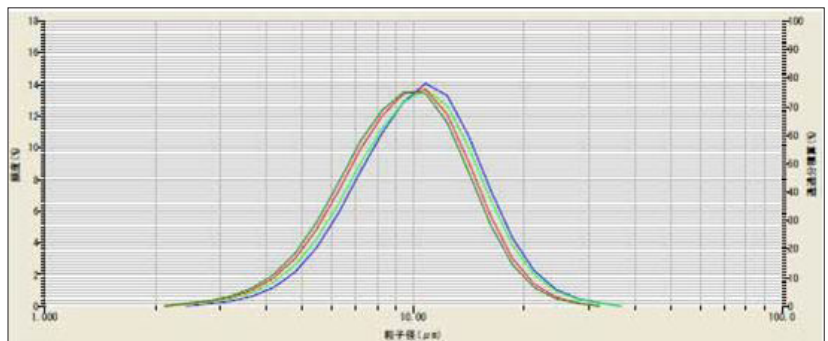


Figura 1 y Tabla 1: Cinco lotes de polvo de LiCoO2

Óxido de litio y manganeso

Durante el desarrollo del método para dispersar óxido de litio y manganeso (LiMn₂O₄), se investigó el efecto de la aplicación de ultrasonidos. El polvo se dispersó en agua desionizada que contenía hexametáfosfato de sodio al 0.2%. La muestra se analizó sin ultrasonido, y luego con 1, 3 y 5 minutos de ultrasonido. Los resultados de estas mediciones se muestran en la Figura y la Tabla 2 a la derecha. Se determinó que el tiempo óptimo de la ecografía era de 3 minutos.

Una vez que se determinó que se utilizaría ultrasonido de 3 minutos en este método, el método se repitió en la misma muestra todos los días durante 5 días para probar la reproducibilidad. Estos resultados se muestran en la Figura 3 y la Tabla 3 a continuación.



Ultrasonido	Mediana (m)	Color
None	10.46	azul
1 min	10.14	verde claro
3 min	9.67	rojo
5 min	9.42	verde oscuro

Figura 2 y Tabla 2: El efecto del ultrasonido sobre LiMn₂O₄

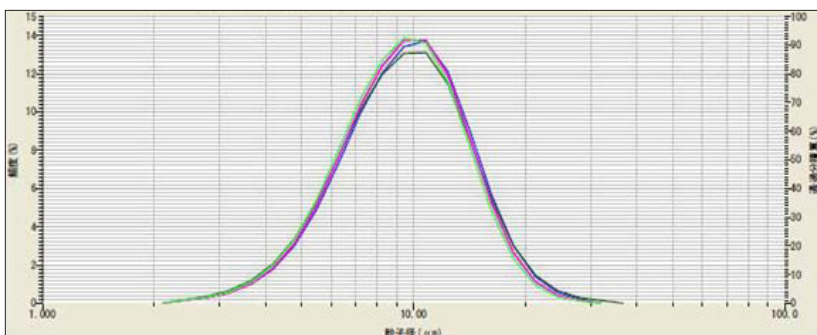


Figura 3 y Tabla 3: Pruebas de validación del método en varios días de LiMn₂O₄

	Mediana (m)
Day 1	9.75
Day 2	9.52
Day 3	9.18
Day 4	9.49
Day 5	9.5
Mean	9.49
COV	1.90%

Titanato de Lito

El titanato de litio (Li_2TiO_3) se utiliza a menudo como material de ánodo para recargar rápidamente baterías de titanato de litio. Durante el desarrollo del método para dispersar polvo de titanato de litio en líquido, se investigó el efecto de la aplicación de ultrasonido. El polvo se dispersó en agua desionizada que contenía hexametáfosfato de sodio al 0.2 %. La muestra se analizó sin ultrasonido y con 3 minutos de ultrasonido. Los resultados de estas mediciones se muestran en la Figura 4. Esta dispersión de esta muestra no mejoró con la adición de ultrasonido, por lo que no se utilizó en el método.

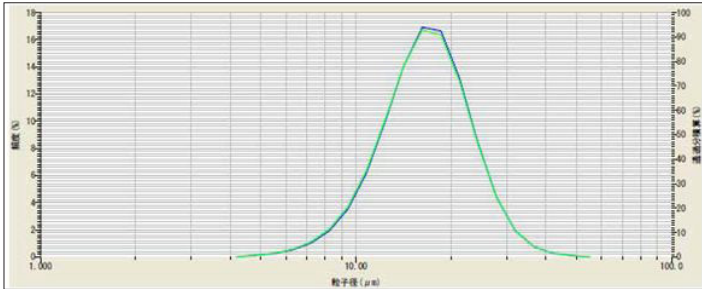


Figura 4: Li_2TiO_3 con ultrasonido (verde) y sin ultrasonido (azul)

Luego se compararon dos muestras de titanato de litio de diferentes proveedores midiendo la PSD de ambos productos en el LA-960. Los polvos se dispersaron en agua desionizada que contenía 0.2% de ácido fosfórico y 0.2% de hexametáfosfato de sodio. La comparación de la Muestra A (media = 6.33 μm) con la Muestra B (media = 16.7 μm) se muestra en la Figura 5.

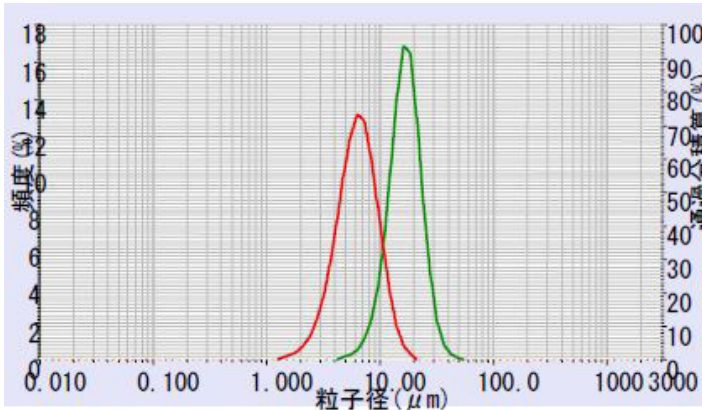
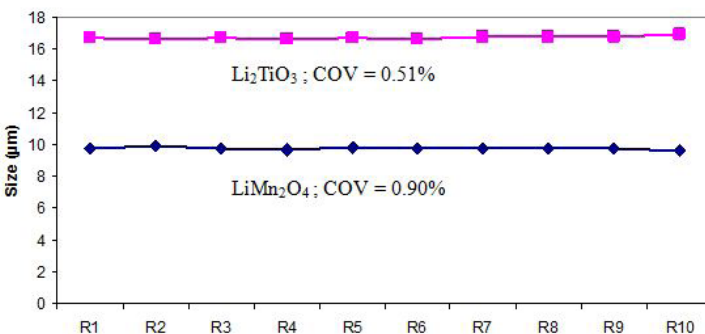


Figura 5: Muestra A de Li_2TiO_3 (roja) frente a Muestra B (verde) Reproducibilidad: óxido de litio y manganeso/titanato de litio

Se analizaron dos muestras (LiMn_2O_4 y Li_2TiO_3) diez veces para cuantificar la reproducibilidad del LA-960. Los resultados se muestran en la Figura 6.



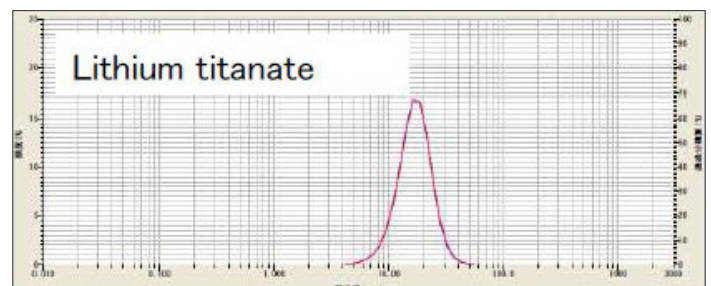
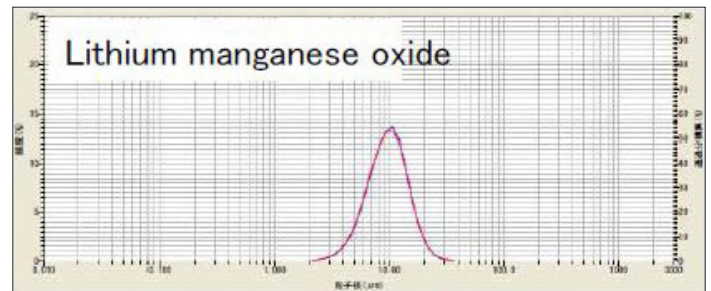
Muestra	LiMn_2O_4	Li_2TiO_3
R1	9.75	16.70
R2	9.93	16.6
R3	9.75	16.7
R4	9.66	16.6
R5	9.83	16.7
R6	9.78	16.6
R7	9.76	16.8
R8	9.75	16.8
R9	9.79	16.8
R10	9.6	16.9
Ave	9.76	16.7
COV	0.90%	0.51%

Figura 6: Reproducibilidad de más de 10 resultados para LiMn_2O_4 and Li_2TiO_3

Tenga en cuenta que los valores de COV son muy bajos, lo que indica un buen método y el alto nivel de rendimiento del analizador de tamaño de partículas LA-960.

Acuerdo Instrumento a Instrumento

Las empresas con múltiples sitios a menudo necesitan comparar datos de diferentes laboratorios. Se analizaron muestras de óxido de litio, manganeso y titanato de litio en dos sistemas LA-960 diferentes para cuantificar la concordancia instrumento a instrumento. Los resultados de la comparación se muestran a continuación en la Figura 7.



	LA-960 1	LA-960 2	Δ
LiMnO	9.75	9.64	0.1
LiTi	16.7	16.9	0.2

Figura 7: Acuerdo entre instrumentos para LiMn_2O_4 y Li_2TiO_3 en dos sistemas LA-960 diferentes

Conclusión

El LA-960 demostró tener una reproducibilidad y una concordancia excepcionales entre sistemas al medir la PSD de varios materiales de batería. Este nivel de rendimiento ha sido demostrado por muchos fabricantes de materiales para baterías, como los compuestos de litio que se muestran en esta nota de aplicación, lo que ha dado lugar a múltiples ventas a proveedores y usuarios de todo el mundo.

Agradecimientos

Muchas gracias al Centro de Aplicaciones HORIBA en Kioto por generar los excelentes datos que se muestran en esta nota de aplicación.