

元件	部位	常用成分	评估项目（分析仪）
正极	活性物质	LiCoO ₂ （钴酸锂） 除了Co也使用Mn、Ni等	构成（ICP、XRF） 结晶（XRD、拉曼光谱） 粒度（粒度分布） 电子状态（XPS） 比表面积/微孔分布（气体吸附）
	粘合剂	聚偏二氟乙烯（Polyvinylidene fluoride:PVDF）	分子量分布（GPC） 表面形状（SPM） 构成（FTIR）
	导电助剂	碳（炭黑、乙炔黑、石墨等）	结晶（XRD、拉曼光谱） 比表面积/微孔分布（气体吸附）
负极	活性物质	碳、石墨	结晶（XRD、拉曼光谱） 粒度（粒度分布） 比表面积/微孔分布（气体吸附） 微压缩试验（MCT）
	微量添加物	Li、P、Cu、Na、Co、Ca、K等	构成（ICP）
	粘合剂	SBR（丁苯胶乳） CMC（羧甲基纤维素）、PVDF	结构（FTIR） 粘合度（万能试验机）
隔离膜		聚烯烃类（高密度聚乙烯）	结构（FTIR） 微孔（SEM） 微孔分布（全自动压汞仪） 热特性（TG） 拉伸强度（万能试验机） 针刺试验（材料试验机）
电解液	溶剂	碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯、碳酸甲乙酯等	构成（GCMS、GC、LC）
	电解质	LiPF ₆ 、LiBF ₄	构成（LC、ICP）
	添加剂	碳酸亚乙烯酯等	构成（GCMS、ICP）
电池	单质模块		压缩强度（万能试验机） 针刺试验（材料试验机） 内部观察（X射线CT装置）



为了提高性能和安全性，助您一臂之力
Analysis and Testing of Lithium Ion Battery Materials

锂离子电池材料的分析与测试

— 活性物质、电解液、电池 —



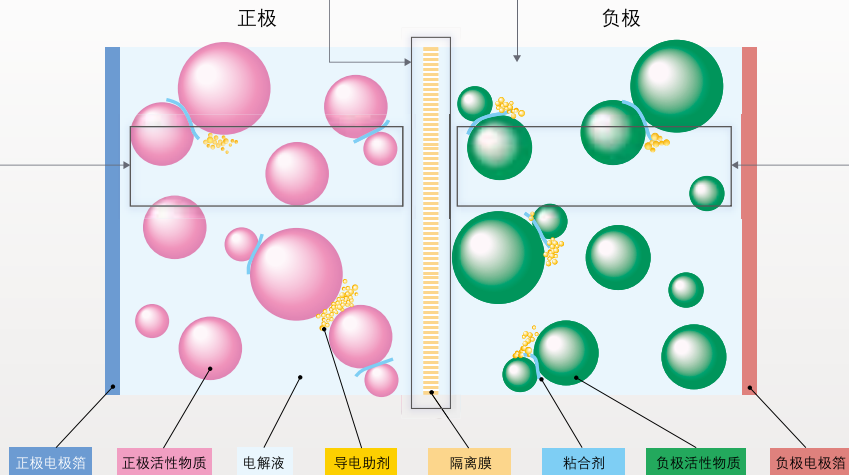
隔离膜

- 成分分析：FTIR P.6
- 加热观察（微孔状态的变化）：SPM P.7
- 微孔测量：AutoPore P.7
- 热特性（熔解、收缩）：DSC、TMA P.8
- 定性分析：XRD P.8
- 刺穿强度试验：材料试验机 P.9
- 压缩试验：MCT P.9
- 拉伸试验/XY轴延伸宽度计量：材料试验机 P.9, P.10
- 受损隔离膜的应变观察：DIC分析 P.11

电解液

- 热特性评估、热重量测量：DSC、TGA P.5
- 成分分析：GCMS、GC P.12
- 充电容量降低后的生成物分析：LCMS-IT-TOF P.13

电池截面图



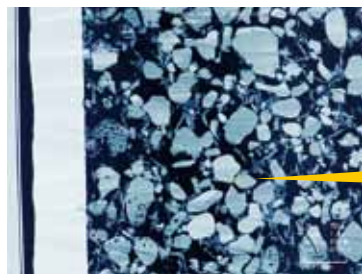
活性物质

- 粒度、分散和凝聚评估：SALD P.4
- 活性物质材料的微压缩试验：MCT P.4
- 表面、深度方向的化学状态：XPS P.6
- 结晶结构：XRD P.8
- 观察正极、负极材料：X射线CT P.14
- 成图分析（EPMA）以及导电性测试：SPM P.3, P.6

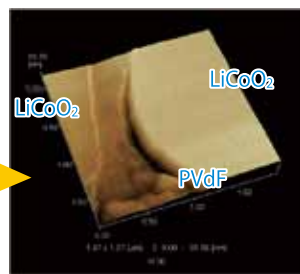
电池、模块

- 小型二次电池的应变观察：DIC分析 P.11
- 分析充放电过程中气体产物成分：GC、GCMS P.12
- 小型LiB的无损内部结构观察：X射线CT P.15

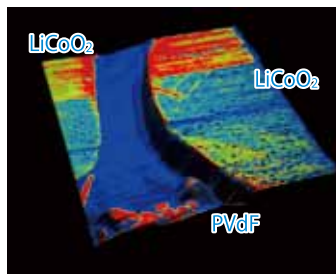
正极截面的活性物质/粘合剂界面观察、导电性分布的微观观察



激光显微镜图像（倍率约为2400倍）



SPM形貌图像（倍率约为5000倍）

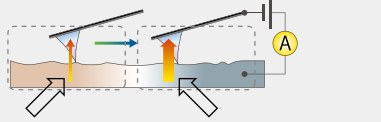


SPM形貌和导电性的叠加图像
红色部分表示导电性良好（电流值较大）的部分。

样品提供者：住化分析中心株式会社
锂离子电池材料研究中心（LIBTEC）

导电性测试示意图

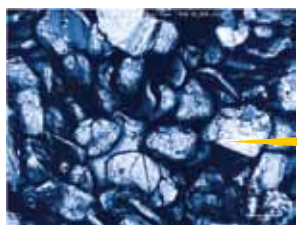
对样品施加电压，同时对流经导电悬臂上的电流进行测量和成图



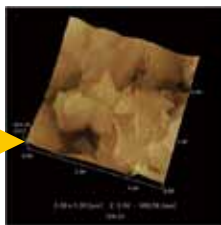
由于导电性低（电阻较大），
所以流经悬臂的电流小

由于导电性高（电阻较小），
所以流经悬臂的电流大

天然石墨表面图像

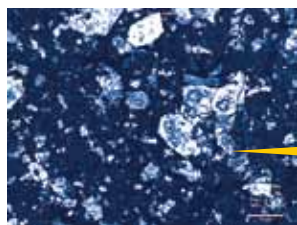


激光显微镜图像
（倍率约为2400倍）

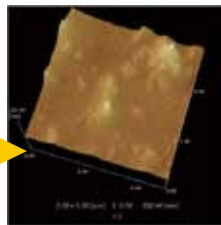


SPM形貌图像
（倍率约为20000倍）

人造石墨表面图像



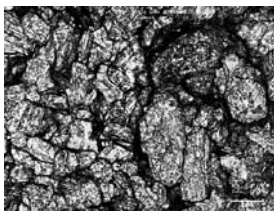
激光显微镜图像
（倍率约为2400倍）



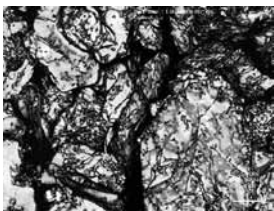
SPM形貌图像
（倍率约为20000倍）

样品提供者：日本石墨工业株式会社
日立化成株式会社

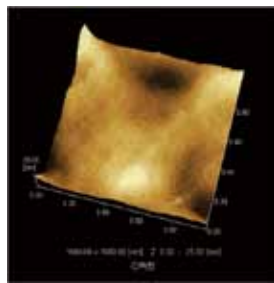
观察负极材料（石墨）



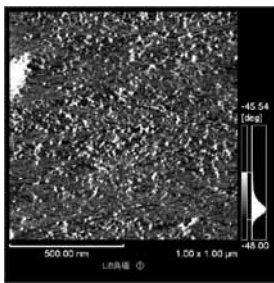
激光显微镜亮度图
（约为2400倍）



激光显微镜亮度图
（约为6000倍）



SPM形貌图（约为10万倍）



SPM相位图（约为10万倍）



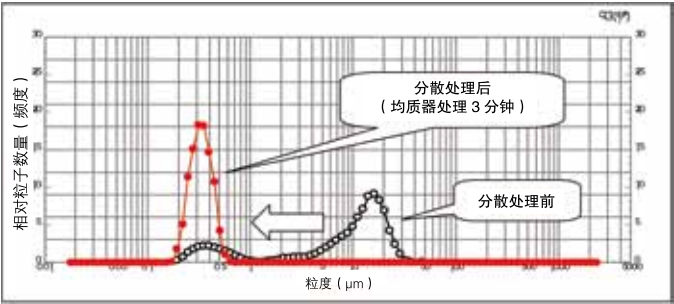
原子力显微镜
SPM-9700HT

- 电池电解质溶液中电化学观察：通过AFM观察电解液中电化学反应所引起的样品表面变化。
- 气氛控制单元：可一边加热、冷却，一边观察厌氧、厌水样品。
- 具有一体成型手套箱式环境控制舱。

关于PDF内容涉及《广告法》违禁词、极限词用语作废声明

本PDF文字、图片中涉及《广告法》中违禁词、极限词等词语的，在此申明一律作废，不作为产品介绍的依据。谢谢配合。

炭黑粒度、分散/凝聚评估



不同分散状态的碳黑粒子测量

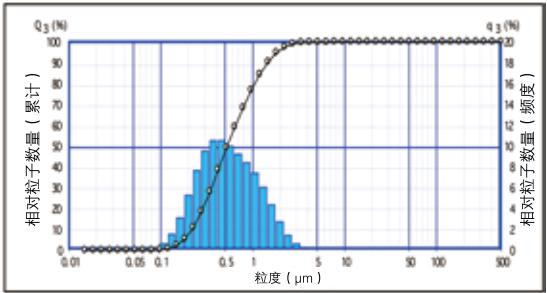
由于炭黑容易吸光导致测量困难，SALD-2300实现了对散射光的高灵敏度测量，不仅可测量源自分散处理前凝聚体的强散射光，还可对源自分散处理后亚微米粒子的弱散射光进行高可靠性的测量。



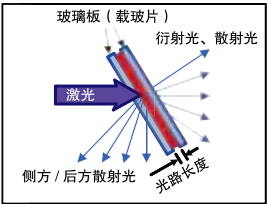
激光衍射式粒度分布测量仪
SALD-2300

- 粒度测量范围：17nm ~ 2500μm
- 对应 0.1ppm ~ 20% 粒子浓度
- 通过间隔时间最短为 1 秒的连续测量功能，可监视分散和凝聚的过渡现象。
- 对应 15μL 至 300mL 的样品量（选择选项）

电极浆料的高浓度测量

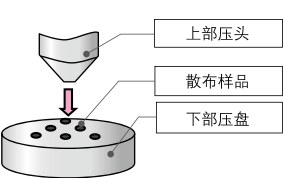


高浓度样品测量单元 SALD-HC23 和测量示例

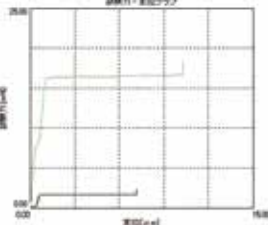


若使用高浓度样品测量单元，不仅可测量活性物质或导电助剂单质，而且高浓度电极浆料也可稀释至最小限度后进行测量。

正极和负极活性物质的微压缩试验



活性物质压缩试验概念图



活性物质的压缩试验结果

样品信息和试验结果

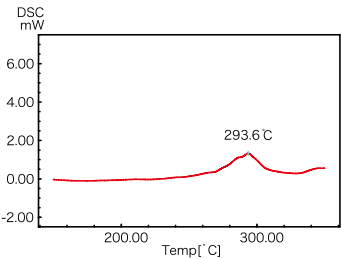
样品名	破坏试验力 [mN]	粒度 [μm]	强度 [MPa]
LiMn2O4	1.67	13.0	7.79
LiCoO2	16.23	13.3	72.75



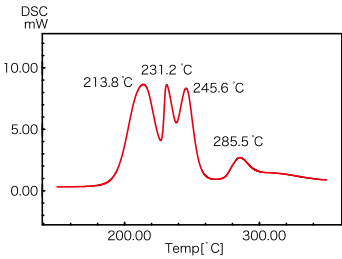
微小压缩试验机
MCT系列

- 通过 CCD 摄像头在软件中可以对样品进行长度测量和图像存储；通过电阻仪可以得到导电性微粒的连接电阻和压缩比之间的关系。
- 通过高温系统，可在室温以及高达 250℃ 的高温环境下进行微小压缩试验。
- 将上下压盘用作电极，在进行压缩试验的同时测量电阻。

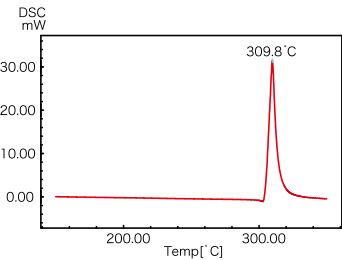
充电和放电前后对正极活性物质和电解液的热特性评估



在SUS制耐压电池上对未充电的正极活性物质和电解液进行采样和测量。观察到在300℃附近细微的发热变化。



通过充电后的电池所得的正极活性物质和电解液以同样的方式进行测量。可观察到由于充电活性物质变得不稳定，从200℃附近起，分解引起了较大的放热峰值。



测量电解液。可观察到在300℃附近由于分解引起急剧增长的放热峰值。



差示扫描热量计
DSC-60Plus



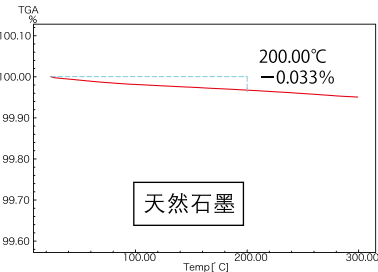
SUS制耐压电池
夹具



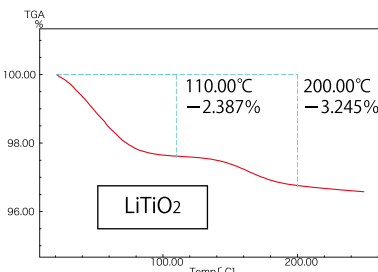
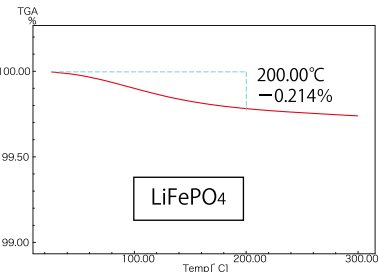
液压机

将电池元件封入SUS制耐压电池后，用DSC测量。此次，非常紧凑的在手套箱内使用操作方便的液压机制造样品。

TGA加热电极材料的水分和挥发性成分的测量



通过TGA加热用作正极材料、负极材料的LiFePO4、天然石墨（日本石墨制造）、LiTiO2粉末，对其水分、挥发性成分比例进行测量。各样品都显示出达200℃的重量损失率。尤其是在石墨测量中使用TGA-51宏观热重测量装置+大型电池，通过对大于1g的样品进行采样，可检测出微小的重量损失。



热重测量装置
TGA-50/51

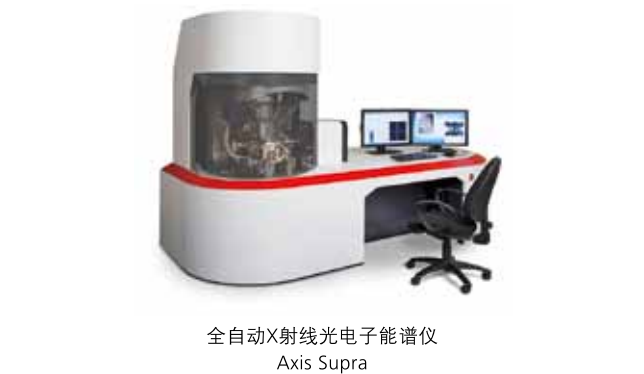
正极活性物质、粘合剂以及导电助剂的元素含量和分布的研究



场发射电子探针显微分析仪
EPMA-8050G

活性物质表面涂层（SEI）的化学状态测定

- 气氛敏感样品的惰性气体保护传输（选购）
- 纳米量级的信息深度分析



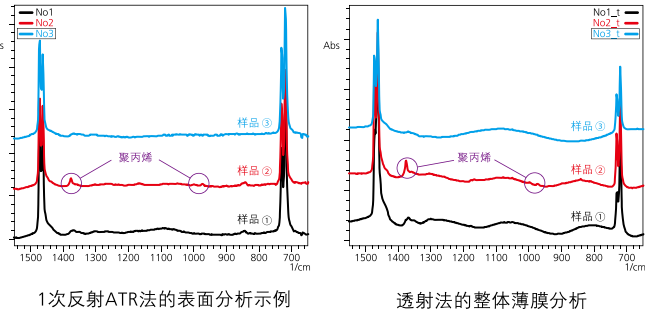
全自动X射线光电子能谱仪
Axis Supra

隔离膜的组成与成分分析



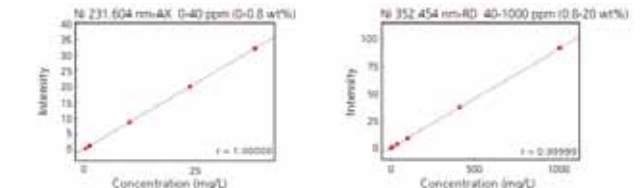
红外显微系统
IRTTracer-100+AIM9000

可有效分析粘合剂、电解液及隔离膜的组成和成分。通过ATR法几乎不需要进行预处理，即可对材料表面和薄膜10μm程度的微小区域进行分析。



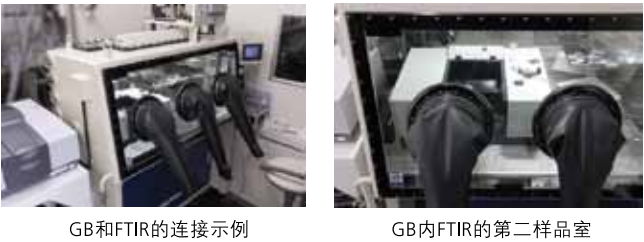
电感耦合等离子体发射光谱仪
ICPE-9800系列

- 通过轴向、径向双向观测，可实现从 ppb 级别到百分量级别的宽范围检测。不同浓度范围的元素可同时检测，大大提高工作效率。
- 全波长数据采集系统可评价基体干扰，并随时提供干扰解决方法，快速获得精确数据。
- 岛津专利（Eco 模式，Mini 炬管系统，真空光室，99.95% 氩气稳定运行）的四项技术联用。最大程度节省氩气消耗，相比以往的吹扫型光室氩气成本节省可达 70%。



使用手套箱的非暴露分析系统示例（FTIR）

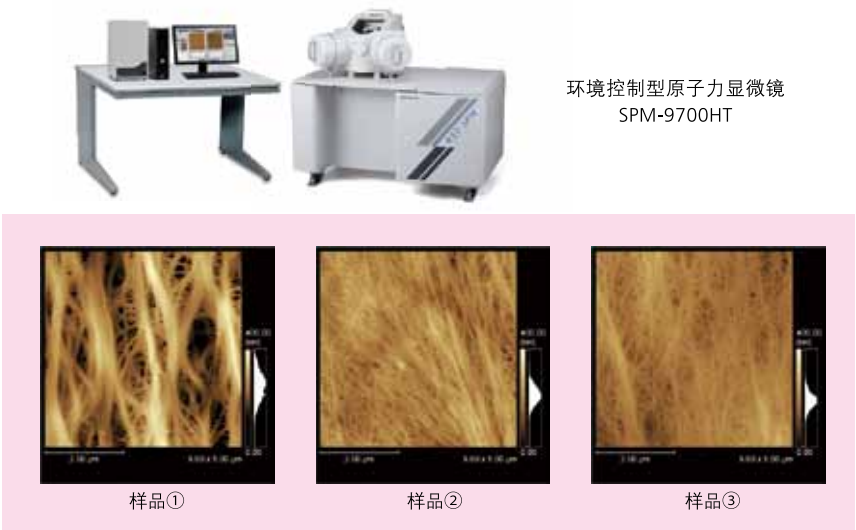
FTIR本体设置于维护容易的GB外侧面，在通过透射窗设置于GB内部的第二样品室中进行测量。若设计GB内部的光学系统，可适应例如透射法、反射法和全反射法等测量需求。



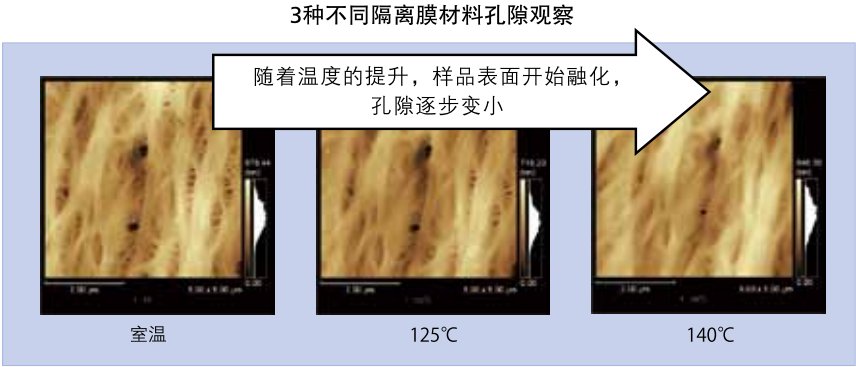
GB和FTIR的连接示例

GB内FTIR的第二样品室

SPM对电池隔膜材料孔隙受热收缩的观察



环境控制型原子力显微镜
SPM-9700HT

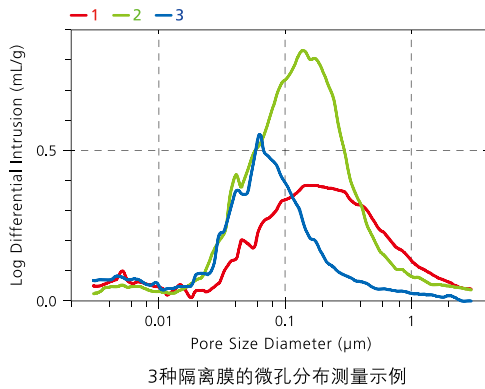


3种不同隔离膜材料孔隙观察

随着温度的提升，样品表面开始融化，孔隙逐步变小

样品①加热时孔隙变化

水银孔隙计的隔离膜微孔测量



3种隔离膜的微孔分布测量示例

样品编号	微孔容积 (mL/g)	中值粒度 (μm)
①	0.50	0.18
②	0.80	0.13
③	0.41	0.07

- 3 种隔离膜的样品微孔的中值粒径为样品①> 样品②> 样品③，与 SPM 的观察结果一致。
- 同时测量的微孔容积中样品②比其他的要大。



全自动压汞仪
AutoPore IV 9500系列

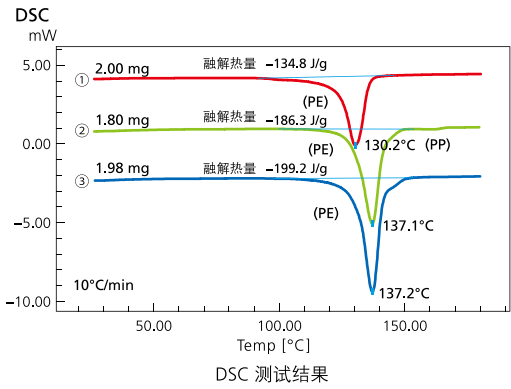
热分析隔离膜的热特性评估

DSC隔离膜的溶解测量



差示扫描热量计
DSC-60Plus

3种不同的隔离膜分别设置为100～150℃，测定聚乙烯溶解的吸热峰值。
内置有液氮冷却槽，亦可测量冷却过程。



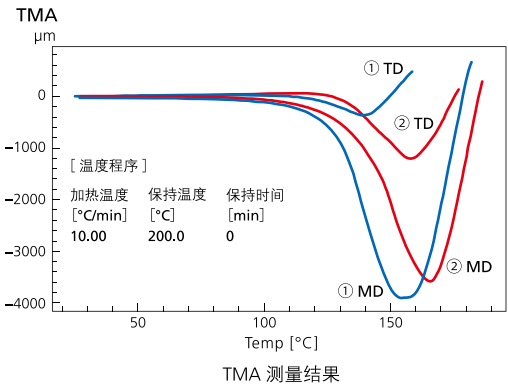
DSC 测试结果

TMA隔离膜的收缩测量



热机械分析仪
TMA-60

对薄膜施以微小拉伸方向负荷的同时，测量其延伸或收缩的尺寸变化。在MD方向（长边方向）和TD方向（短边方向）上对2种样品进行测量。对比样品①和样品②，在MD、TD上均可见样品②在高温下收缩；样品①和样品②均为MD的收缩率比TD更小。TD之间比较，样品②的收缩率小于样品①。



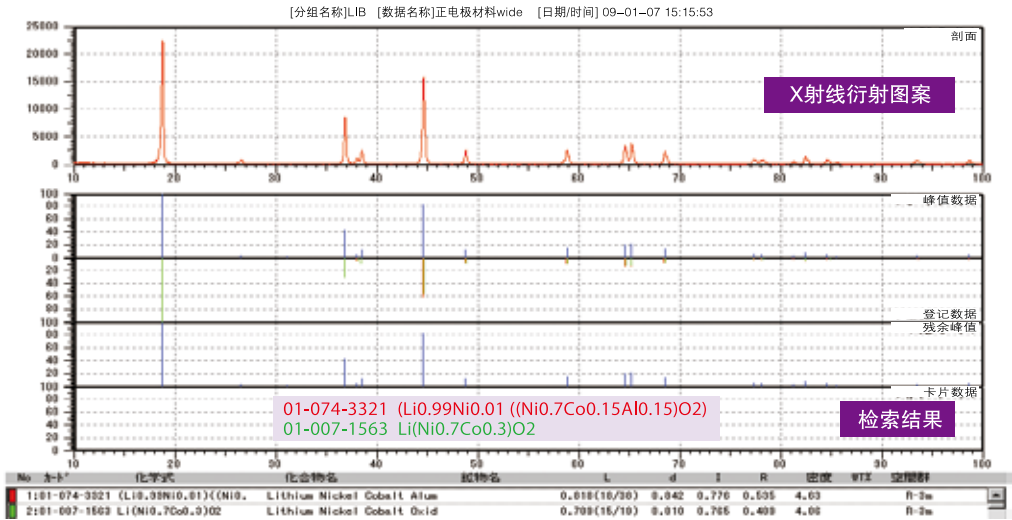
TMA 测量结果

隔离膜的定性分析、活性物质的结晶结构分析



X射线衍射仪
XRD-6100

- 对正极材料、负极活性物质的结晶结构、取向、晶粒大小进行分析。
- 对隔膜的定性分析、结晶化度、取向度等进行分析。
- 通过聚毛细管光学系统可测量有凹凸的样品表面和具有曲率面的样品。
- 在空气或惰性气体（N₂）下，使用高达 1500℃的加热附件，在不同温度下对样品进行测试。也可以使用低温附件进行测试。

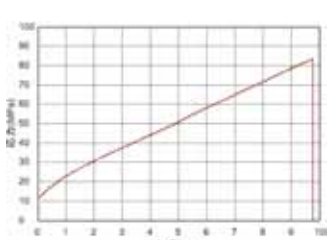


正极材料衍射图案的定性分析

隔离膜拉伸试验中的引伸测量



视频非接触式引伸计
TRViewX



应力—应变图表



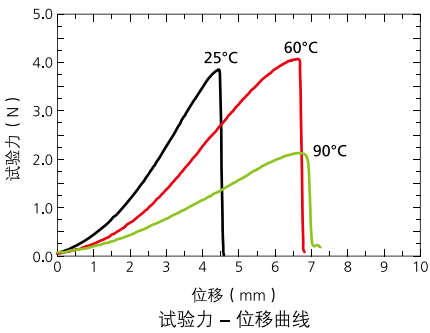
宽度的减少量—引伸图表



试验状态

通过利用非接触式视频引伸计，可同时测量试验力和引伸宽度。

在不同环境温度中的隔离膜刺穿强度测试



试验力—位移曲线



恒温箱



恒温箱内图片

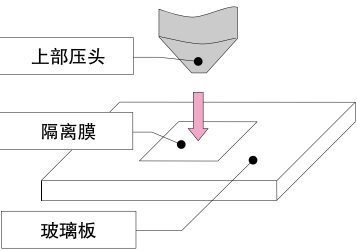


试验温度的最大试验力和最大位移		
试验温度 (°C)	最大试验力 (N)	最大位移 (mm)
25	3.85	4.45
60	4.07	6.63
90	2.13	6.68

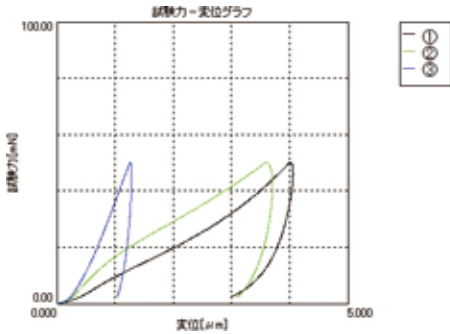
若比较25℃和60℃中的试验结果，虽然最大试验力相等，但最大位移值在60℃下增大。若比较60℃和90℃中的试验结果，虽然在90℃下最大试验力降低，但是最大位移几乎相同。综上所述，用于本试验的锂离子电池隔离膜在60℃下尽管延伸特性增加了，但是其表现出的强度并没有降低。

* 对防爆室的电池压碎实验具有实际效果

通过微压缩试验机进行的隔离膜压缩试验



微小压缩试验机
MCT系列

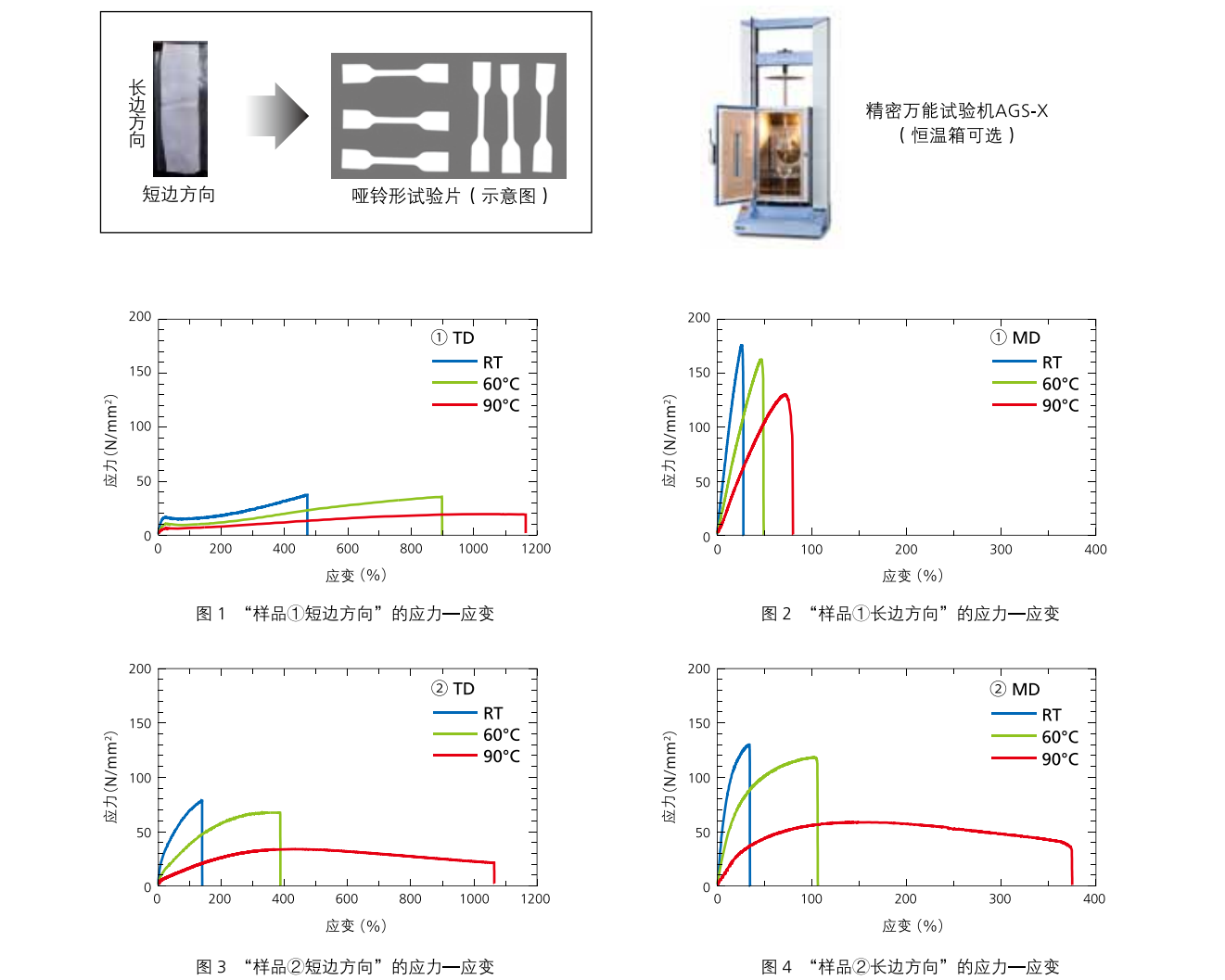


样品编号	厚度 (μm)	最大试验力 (mN)	压缩量 (μm)	压缩率 (%)
①	20	49.9	3.651	18.3
②	20	49.9	3.371	16.9
③	10	50.0	1.038	10.4

压缩率 (%) = (压缩量) ÷ (厚度) × 100 (%)

- 由于隔离膜在制造工艺和使用中会受到压力，在保障品质的同时，结构材料本身的强度评估也十分重要。
- 通过高温系统，在室温以及高达 250℃的高温环境下可进行微小压缩试验。

不同温度下隔膜的（拉伸方向和垂直方向）拉伸强度试验



在图1以及图2中，若通过数值进行比较，样品①长边方向的拉伸强度约为样品①短边方向的5倍；断裂应变约减少1/15。此外，通过图3和图4可知，样品②短边方向的拉伸强度约为样品①短边方向的2倍，断裂应变大大减少。

表1 样品①以及②的短边方向和长边方向的机械特性值

样品	25℃		60℃		90℃	
	拉伸强度 (MPa)	断裂应变 (%)	拉伸强度 (MPa)	断裂应变 (%)	拉伸强度 (MPa)	断裂应变 (%)
①短边方向	36.9	471.4	35.4	898.8	19.3	1044.0
①长边方向	175.6	26.8	162.5	57.0	129.9	76.7
②短边方向	78.2	138.5	68.8	347.6	33.8	427.9
②长边方向	129.5	34.1	118.3	105.3	58.7	367.2

根据两个样品在25℃和60℃下的拉伸强度和断裂应变可知，通过提高试验温度，在60℃下断裂应变值虽然增加了2倍，但是拉伸强度也随着温度的提高而降低。将60℃和90℃的结果进行比较，可以得到与之前比较相似的结果，断裂应变值有增大的倾向，但是拉伸强度明显降低。

锂离子二次电池的DIC分析与评估

DIC分析（Digital Image Correlation）

一种检查图案移动量的方法，将物体表面的随机图案与物体变形前后相比较。也可应用于高温下的元件、大型结构以及显微镜下的微小元件的应变分析。

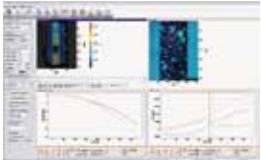
DIC分析系统配置



精密万能试验机
Autograph AG-Xplus
*用于拉伸/压缩/刺穿测试



非接触式引伸计
TRViewX
*用于数字视频采集



StrainMaster (LaVision GmbH)
*用于图像分析

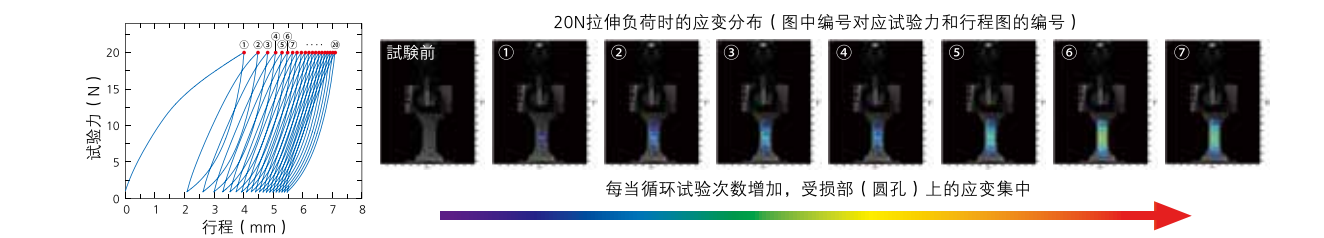
对锂离子二次电池隔离膜的拉伸试验、拉伸循环试验的应变观察（DIC分析）

假设隔离膜受损的情况，评估刺穿受损后的隔离膜会表现出怎样的应变特性，并以恒定的试验力进行拉伸循环试验。

- 隔离膜拉伸试验（摄影速度30fps、图像为每20秒时间的间隔拍摄）
加载速度10 mm/分钟



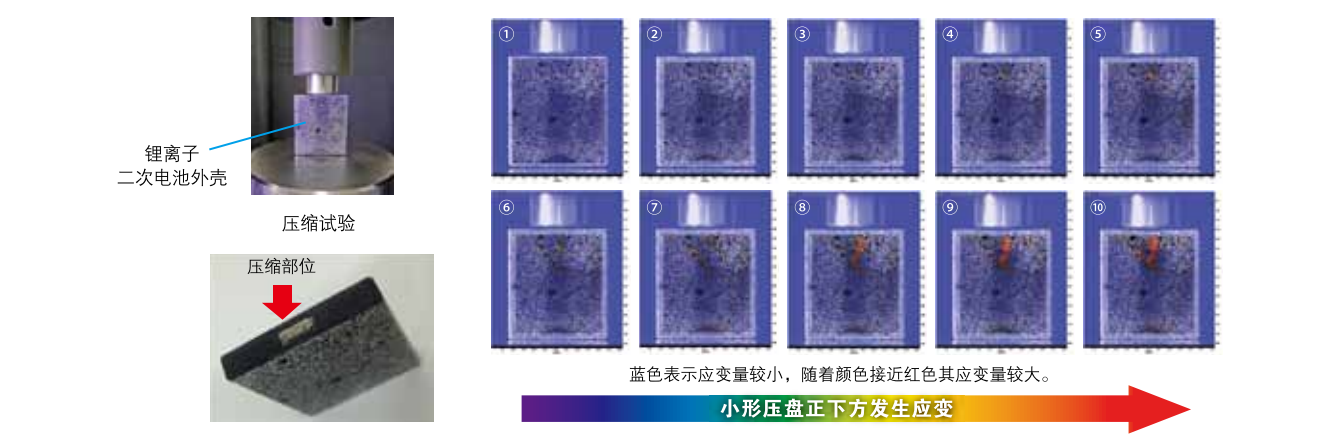
- 隔离膜拉伸循环试验（摄影速度30fps）
目标试验力20N、加载速度20mm/分钟、循环次数20次



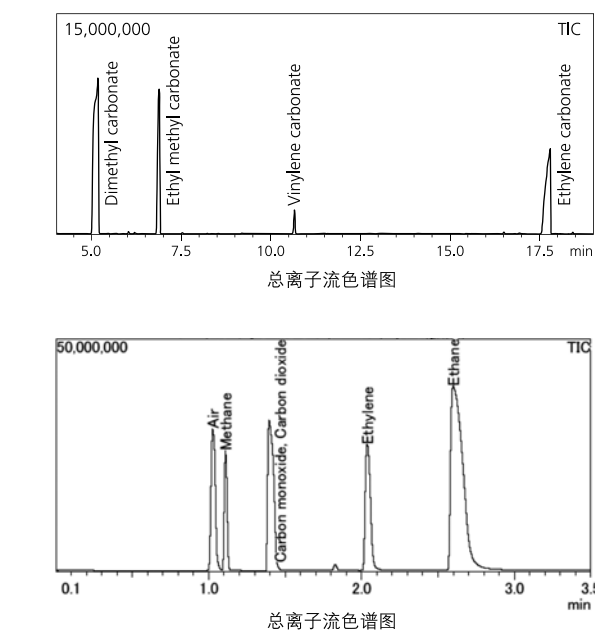
对锂离子二次电池外壳的压缩试验的应变观察（DIC分析）

本试验中，通过小型压盘对于手机的锂离子可充电电池外壳进行压缩，观察在负荷增加时发生的应变分布。

- 电池外壳的压缩试验（摄影速度30fps、图像为每6秒时间的间隔拍摄）
加载速度1mm/分钟、压缩至300N



GCMS技术检测锂电池电解液成分和充放电过程中气体产物分析



利用GCMS技术和NIST谱库检索可以实现锂离子电池电解液添加剂碳酸二甲酯、碳酸甲乙酯，碳酸乙烯酯和碳酸亚乙烯酯的检测。

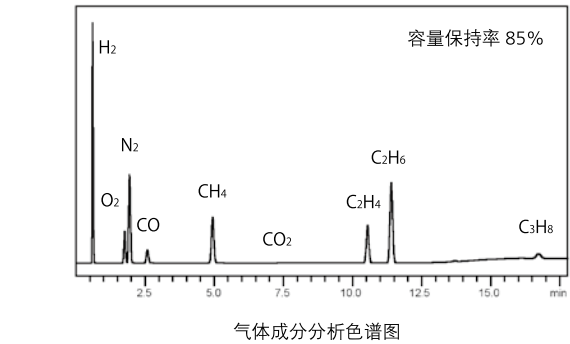


气相色谱质谱联用仪
GCMS-QP2020

GCMS技术可以对锂电池充放电过程中产生的气体进行定性定量分析。图为将铝层叠锂离子电池在80℃下存放5天后，用气密注射器直接收集所产生的气体，再使用GCMS分析的结果。实验结果表明，电池中产生的气体成分和电解液成分一致。

GC-BID对氢无机气体以及C1～C3 烃类同时分析

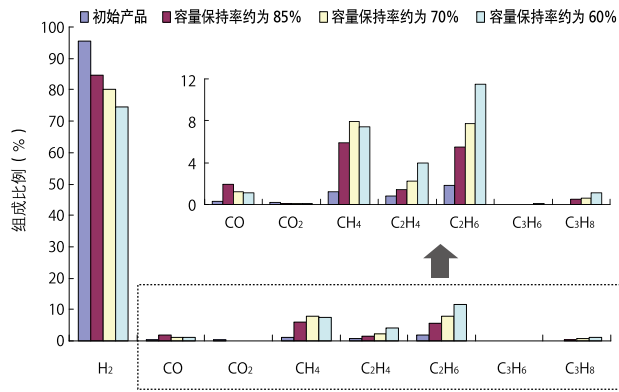
利用搭载有介质阻挡放电等离子体检测器（BID）的GC，可实现含氢无机气体和C1～C3烃类的同时分析。无需利用传统装置中的复杂阀切换装置。BID检测器具有高灵敏度，可实现痕量气体分析。



* 使用气密性注射器收集相关气体。
进样量为 50μL
* O₂、N₂ 为注入时混入的气体
* 色谱柱为信和化工制造的 MICROPACKED ST（1mm I.D.、2m）



高灵敏度气相色谱系统
Tracera



随着电池劣化，其组成比例的变化（处氧气和氮气以外的成分）n=3 平均值

锂电池重复充电放电，容量通常保持率为初始产品的60%至100%，内部构造通常为层叠型电池。利用GC-BID可以实现测量充放电过程产生的气体，通常可以测定除氧气和氮气之外的无机气体以及C3的烃组成比例，实验结果表明，随着容量保持率的降低，氢气比例降低，而烃的比率增加。

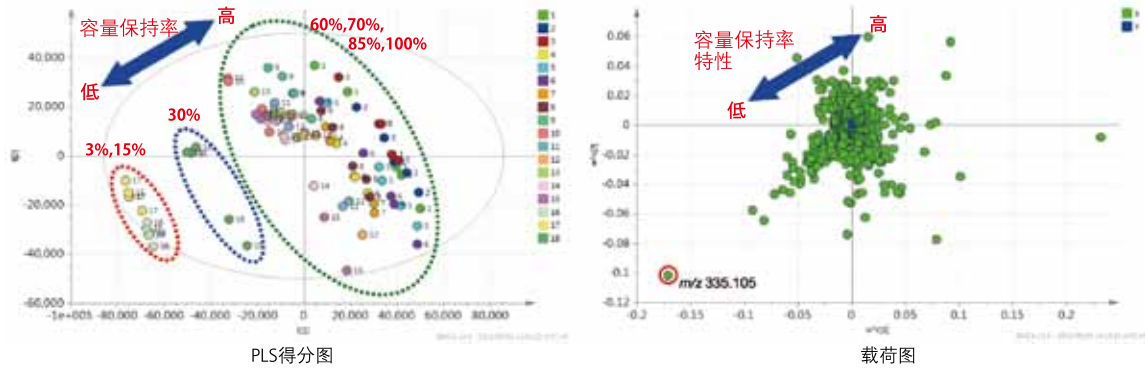
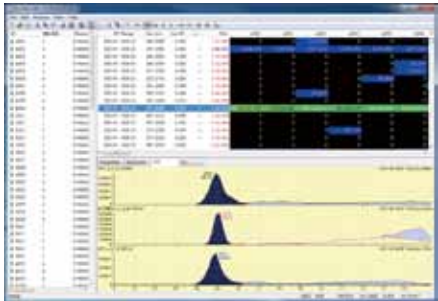
LCMS-IT-TOF劣化电解液中的生成物分析（多变量分析）

LCMS-IT-TOF是一种液相色谱质谱联用仪，结合了高效液相色谱仪和离子阱串联飞行时间质谱仪两部分。其兼具IT（离子阱）的MSⁿ多级质谱功能和TOF（飞行时间管）的高分辨率，测定精确分子量的功能，将传统Q-TOF和串联四极杆液质联用仪中无法实现的MSⁿ多级质谱功能变为可能。



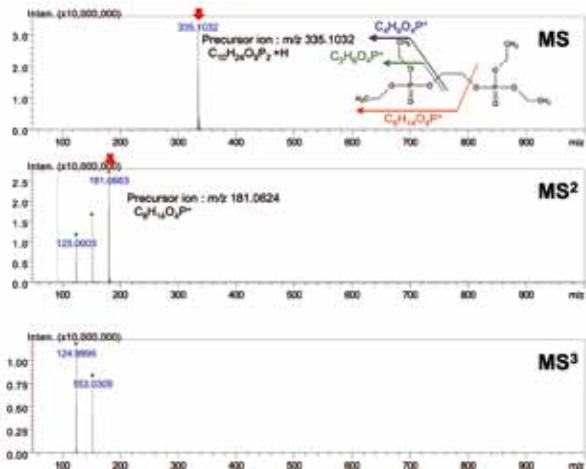
高效液相色谱质谱联用仪
LCMS-IT-TOF

从充电完毕的电池到反复充放电的电池，取出电量在3%-100%范围内的以上各种电池中的电解液，使用LCMS-IT-TOF进行分析。数据处理时，使用数据分析软件Profiling Solution。该软件自动提取并匹配从LC-MS和GC-MS谱图中获得的大量数据文件中的色谱峰，统计成表。并通过主成分分析的统计方法捕捉样本间的变化（差异）。



进行多变量分析的结果为，可分类成容量保持率为（3%、15%）、30%、（60%、70%、85%、100%）的各组。

根据低电容量百分率（3%，15%）电解液中特征变量物质的m/z 335.103，可推测分子式为C₁₀H₂₄O₈P₂，并通过MS²，MS³测得碎片离子的质荷比结合以往的知识经验对结构进行确认。



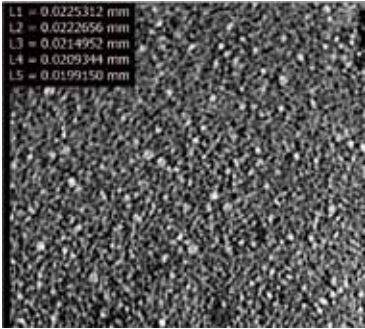
以m/z 335.103作为母离子的MS²、MS³数据

工业X射线CT装置对正、负极材料的观察示例

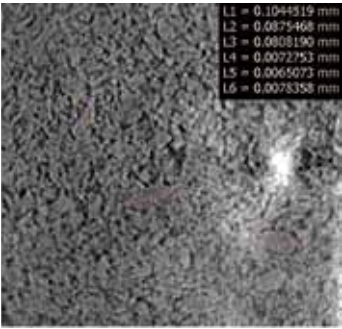


微焦点X射线CT系统
inspeXio SMX-100CT

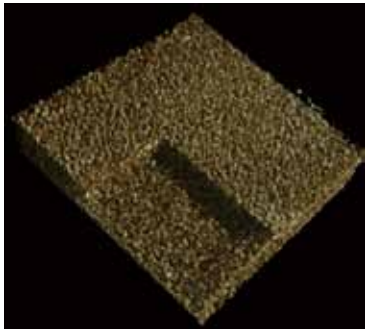
对轻质材料的观察，可获得高放大倍数和高对比度的图像。
也可显示任意断面图像。不仅可对材料表面，也可对内部微小结构进行观察。



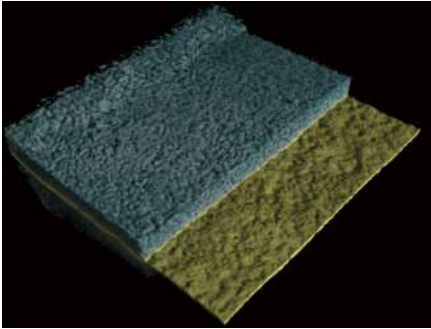
正极材料（钴酸锂）CT图像



负极材料（碳）CT图像

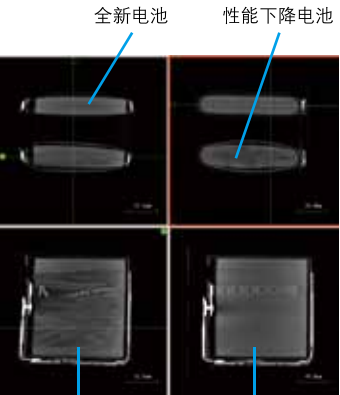


体绘制图像：正极材料



体绘制图像：负极材料 + Cu 电极板

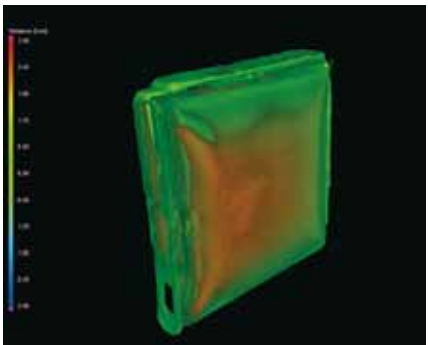
将全新锂电池和性能下降的锂电池同时拍摄CT图像，进行形状比较。
把数据用3D分析软件进行形状比较，并将形状差异用颜色标示。结果显示，正极、负极端子部分，外壳边缘部几乎无变形（绿色），外壳中心部分的变形量较大（红色）。



全新电池断面图像 性能下降电池纵向断面图像
全新电池和性能下降电池的
MPR图像

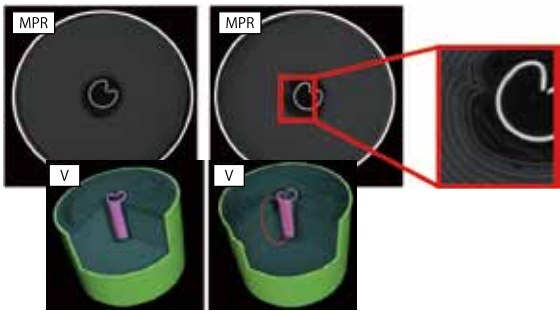


全新电池和性能下降电池的
Volume Rendering图像



全新电池和性能下降电池的
形状比较分析结果

工业X射线CT装置对18650型锂离子二次电池性能下降的观察

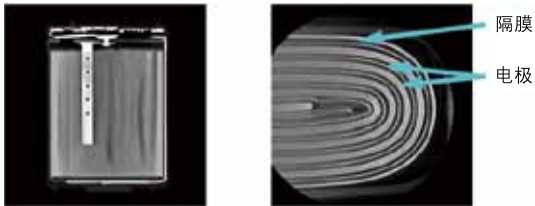


可观察到性能下降电池中心卷绕部分发生变形。



微焦点X射线CT系统
inspeXio SMX-225CT

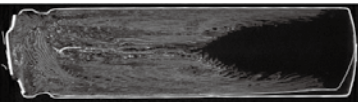
工业X射线CT装置对手机用锂离子二次电池的内部结构观察



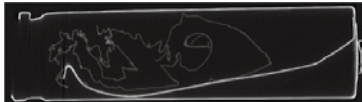
可看到充满电解液的电池中，被隔膜分隔的电极（正、负极）呈卷绕状态。

工业X射线CT装置对爆炸锂离子二次电池的观察

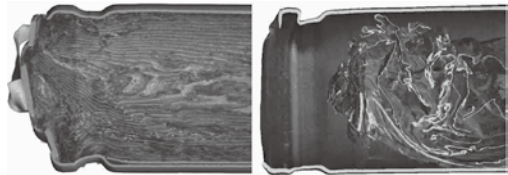
该示例将18650锂离子二次电池置于温度实验槽内进行加热，过度充电使用强制性燃烧、爆炸，爆炸的锂离子二次电池内部的电极、隔膜发生变形。继续加热，加剧其燃烧、破裂，可观察到安全阀等盖子掉落后的状态。



燃烧爆炸的电池内部CT图像



TAB部损坏的电池内部CT图像



爆炸电池的
Volume Rendering图像

在60℃环境中放置1天~2周后的小容量锂离子二次电池的CT图像



该示例将小容量锂离子二次电池置于60℃环境下1天~2周，拍摄X射线CT图像。可观察到热负载使金属外壳膨胀的状态。

数据提供者：成蹊大学 科学与技术部 材料科学与技术系 小岛老师、山崎老师、加藤老师、菅沼老师、片山先生

电子天平 UX/TW/TX系列，AU系列

在锂电池制造工艺中，电子天平被广泛用于从电解液注入为首的诸多生产过程中，要求电子天平的响应速度快，耐撞击，装载了新一代质量传感器UniBloc的UX/TW/TX系列可以轻松满足锂电池生产过程中对于电子天平的要求；在锂电池的质量控制环节，要求电子天平精度高，读数稳定可靠，装载了新一代质量传感器UniBloc的AU系列可以轻松应对锂电池质量控制环节对于电子天平的要求。



UX系列

TW/TX系列

AU系列