



赛默飞世尔科技
服务世界 科技领先



赛默飞化学分析事业部锂电行业解决方案

禹重科技[®] ÜZONGLAB

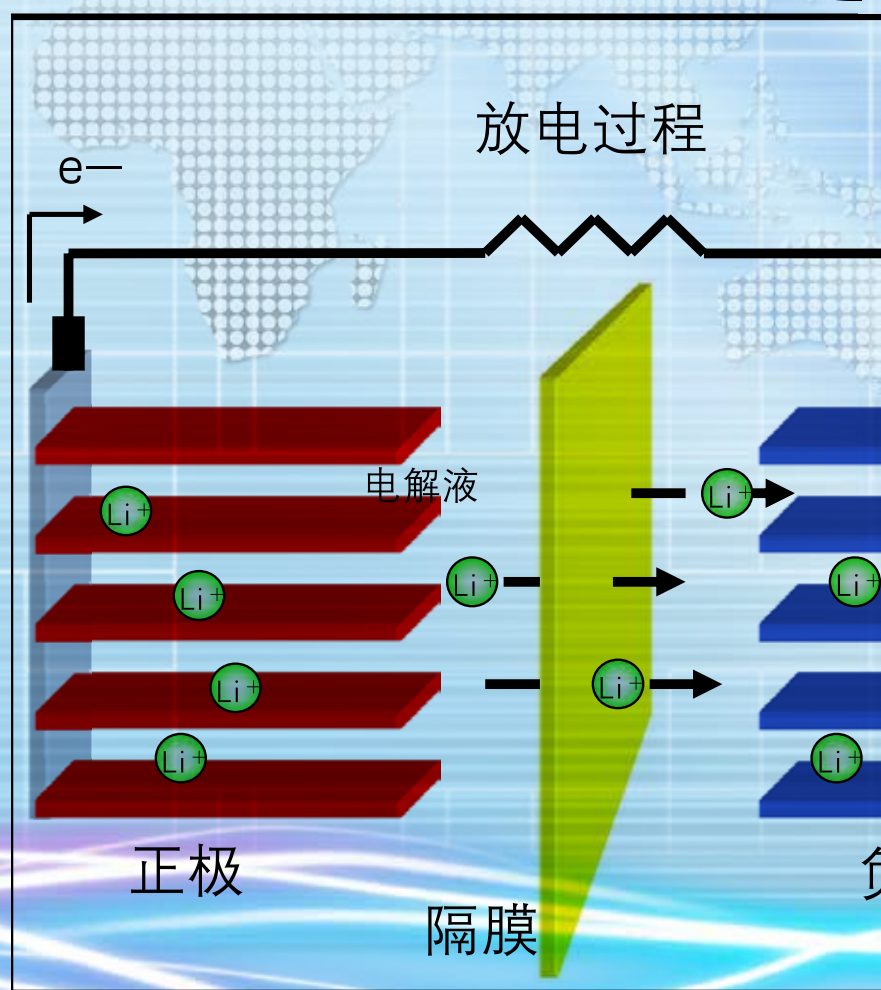
成分分析仪器|表面测试仪器|样品前处理仪器

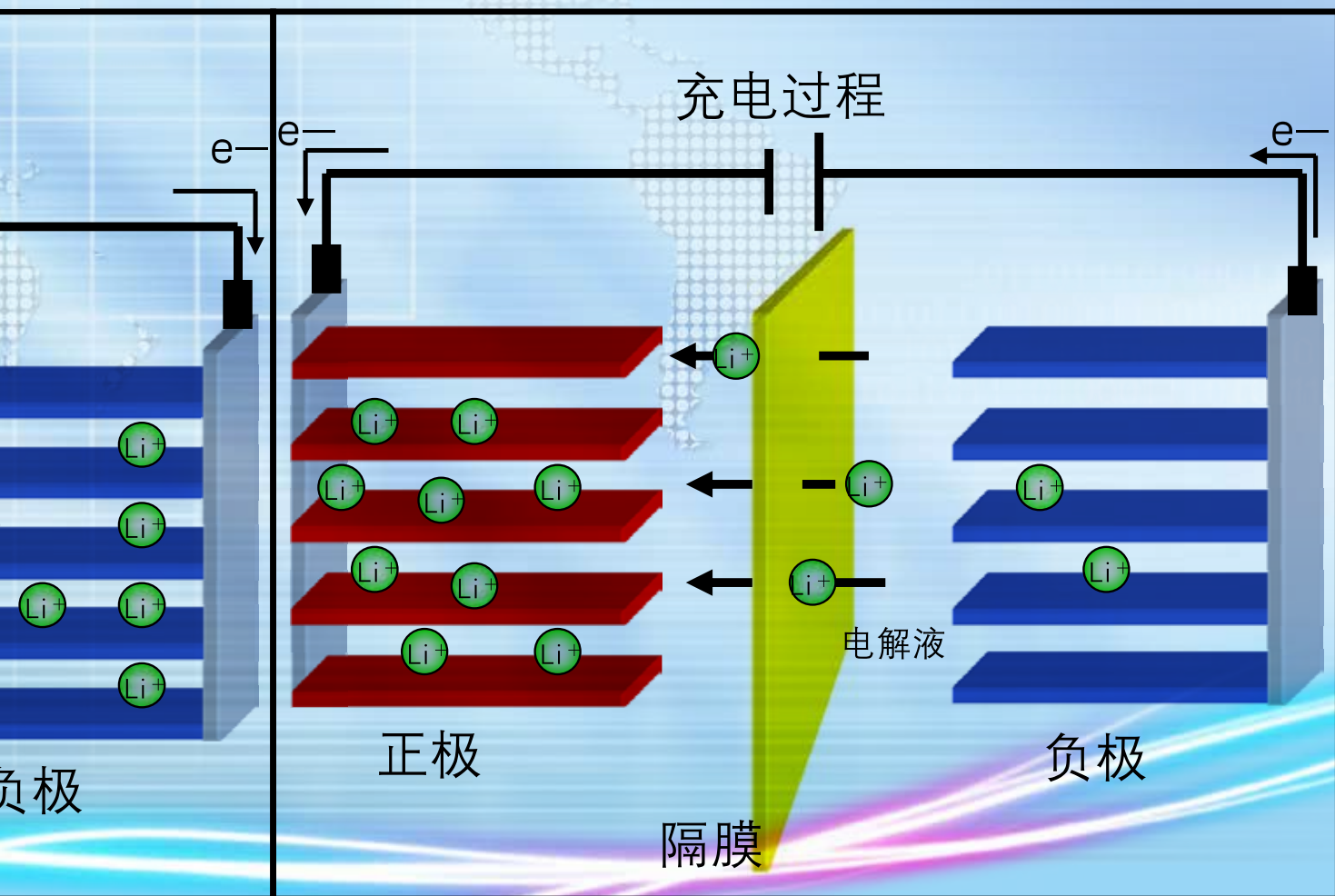
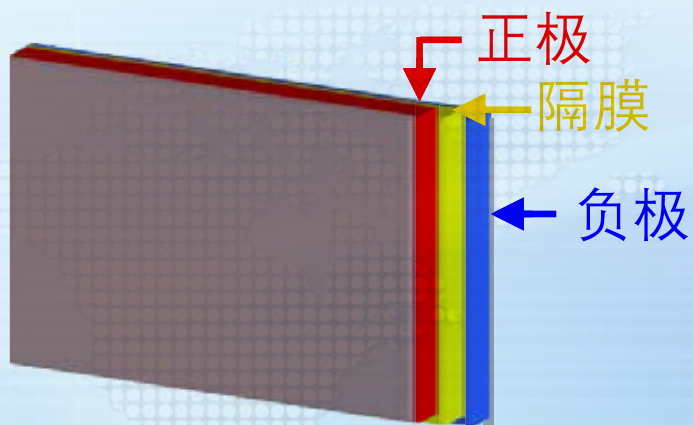
ThermoFisher
SCIENTIFIC

锂电池工作过程中的充放电示意图

锂离子二次电池是当前最具有前景的电化学能源体系之一，它在新能源汽车，移动电子设备，航空航天和军事领域都有重要的前景。随着新能源汽车的普及，以及大家对便携式能量存储设备的使用日益增加，由此提出了对锂电池性能不断提高的要求，比如电池容量，安全性能，使用寿命，对环境的影响等，从而引发了对于锂电池材料开发及电化学性能的研究。新材料的开发、充电/放电机制的研究、甚至是电池生产中对电池材料的质量控制都离不开对电池材料的分析。对于复杂的电池性能的评判需要结合使用电化学分析和材料表征技术来相互补充，共同完成。

赛默飞化学分析事业部为锂电材料的表征，电化学分析，以及材料质量控制提供了有效可靠的解决方案。





赛默飞化学分析锂电池解决方案一览

锂电池四大

负极材料

● 负极材料表征

拉曼光谱技术：

赛默飞公司的拉曼光谱仪采用激光功率精细调节技术，是石墨材料的最佳表征工具，可为石墨，石墨烯材料提供以下化学结构信息：

- 石墨及石墨烯的分子结构
- 石墨及石墨烯晶型形态表征
- 石墨烯层数，层厚以及层间方位
- 石墨烯质量 - 缺陷
- 石墨烯相区尺寸
- 石墨烯应力
- 评估单壁碳管尺寸
- 化学修饰

X 射线光电子能谱技术：

- 负极材料及杂质的组分确认
- 石墨烯层厚
- 石墨氧化过程中的变化

● 生产过程质量监控

旋转流变技术：

在合浆过程中，通过测定负极浆料的流变性能，来评价样品的沉降性能、储存及运输稳定性、施工性能及流平性能，从而帮助优化配方和工艺

Beta Plus 传感器：

准确测量铜基片上的涂布面密度，帮助提高生产工艺及降低下游电池结构问题风险

正极材料

● 正极材料表征

拉曼光谱技术：

赛默飞公司的拉曼光谱仪能提供高空间分辨率高灵敏度的超快速成像，能有效为正极材料的表征提供以下信息：

- 正极材料的分子结构信息
- 通过不同合成方法合成的正极材料的晶型和相态表征
- 正极材料的空间分布

X 射线光电子能谱技术：

- 正极材料的组成元素以及各元素化学状态信息
- 正极材料杂质组分分析

紫外可见光谱技术：

- 正极材料禁带宽度测定

● 生产过程质量监控

旋转流变技术：

在合浆过程中，通过测定正极浆料的流变性能，来评价样品的沉降性能、储存及运输稳定性、施工性能及流平性能等，从而帮助优化配方和工艺

Beta Plus 传感器：

准确测量铝基板上的涂布面密度，帮助提高生产工艺及降低下游电池结构问题风险

赛默飞化学分析提供完整原位和非原位解决方案，可为电池充放

拉曼光谱仪：

- 正负极在充放电过程中的体积及形态的变化
- 正负极材料在充放电过程中的组成变化
- 正负极材料在充放电过程中的晶格的变化
- 固体电解质（SEI）膜的形成及形态分布
- 电解液中离子空间分布
- 充放电过程中中间产物的化学信息确认

X 射线光电子能谱仪：

- 正负极材料在充放电过程中的元素组成变化
- 正负极在充放电过程中的元素化学态的变化
- 固体电解质（SEI）膜和副产物的主要组成元素及各元素的化学状态信息

隔膜材料

● 聚合物和涂覆材料材质分析

红外光谱仪：

能通过分子振动指纹光谱迅速对隔膜材料聚合物成分进行鉴别和确认

显微红外光谱仪：

能通过高性能的显微红外功能对隔膜材料每一层进行鉴别分析

● 生产过程质量监控

显微红外光谱仪可对异物或者缺陷进行分析：通过显微红外的优越光学性能帮助分析鉴别隔膜中引入的异物成分，从而帮助优化隔膜加工以及涂覆工艺

Prosis 红外传感器和 Beta Plus 传感器监控膜厚：采用独有红外测厚加贝它测面密度方法同时测量面密度及隔膜孔隙分布，为隔膜生产提供业内最高精确度和分辨率的隔膜厚度测量方案

旋转流变技术：

通过旋转流变仪测试涂覆材料的流变曲线、触变性、及屈服应力，可评价涂覆材料的工艺性能及流平性等特性

电解液材料

● 电解液配方剖析

红外光谱仪：

能通过分子振动指纹光谱为未知电解液化学信息分析提供快速准确有效的手段

picoSpin 台式核磁共振波谱仪：

优化化学反应，进行电解液及添加剂成分分析，结构确认

● 电解液溶剂及添加剂原料鉴别确认

红外光谱仪和手持式红外光谱仪：

能为电解液配制研发以及生产中对溶剂和添加剂原料提供快速准确有效的鉴别和确认

● 电解液性能表征

拉曼光谱仪表征添加剂的分散均匀性：

能对添加剂在电解液中的分散均匀性进行表征

粘度测量技术：

通过测量电解液粘度和屈服应力，能对电解液的配方选择和优化提供依据

电过程表征并监控以下信息：

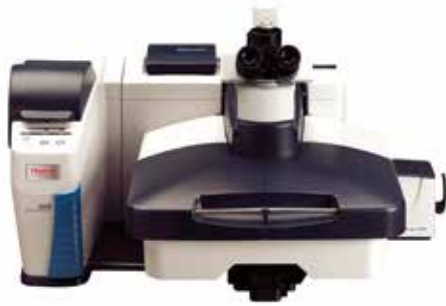
红外光谱仪：

- 正负极材料在充放电过程中的组成变化
- 固体电解质（SEI）膜和副产物的主要成分化学信息
- 释放气体鉴别
- 充放电过程中的中间产物的化学信息确认

拉曼光谱解决方案



DXR 智能拉曼光谱仪提供拉曼光谱常规材料分析的手段



DXR 显微拉曼光谱仪提供小样品量的物质结构分析及组分分布分析



DXRxi 显微拉曼成像光谱仪提供 600 张谱图 / 每秒的快速成像，能大大提高研究实验室对正负极材料的物质结构及晶型进行分析的效率，并为原位和非原位的正负极材料在充放电过程中的体积形态以及组成、变化提供有效的表征手段，同时也为电解液中的离子空间分布测量提供了快速有效解决方案

拉曼光谱作为材料表征的关键技术之一，已经被广泛的采用到了锂电池行业材料研究中。

赛默飞公司自上世纪 90 年代推出第一代拉曼光谱仪以来，一直以应用为核心价值，开发出了一系列高灵敏度高空间分辨率，稳定可靠，可操作性极佳的拉曼光谱仪，不仅屡次获得业界大奖，同时也赢得了全球上千家新材料研究实验室的信任和青睐。

赛默飞公司的 DXR 系列拉曼光谱仪不仅为科学研究打造，更为设法解决实际问题而设计，兼顾对可靠性、重现性、操作性和耐用性等多方面的要求。

可提供原位和非原位测量的完整解决方案

- 仪器的模块化设计保证了最稳定耐用的性能
- 专利的自动准直技术无需任何手动调节
- 智能精确锁定技术确保高重复性结果
- 专利的激光功率精细调节技术是石墨材料的最佳表征工具
- 可提供针对不同激光波长优化的低波数测量
- OMNIC 软件功能强大，界面简单直观，以结果为核心，无需花费时间学习仪器调节和程序操作
- OMNIC Atlas 软件能提供快速成像分析，帮助直观有效快速分析不同晶型和相态
- 提供不同规格的光学组件和灵活多样采样技术，适合不同规格不同形态的样品测试，更有高通量采样板为繁忙的常规分析工作提高效率

可提供专门为锂电材料分析使用的多种附件：

- 原位电化学池：
 - 与拉曼光谱仪联用进行锂电池的电化学原位分析
 - 电池充电 / 放电循环过程中检测电化学变化
- 惰性氛围转移池
 - 适用于任何对空气敏感的任何样品（例如拆解后的锂电池单个组件）
 - 与拉曼光谱仪联用进行锂电池单个组件的非原位拉曼分析



拉曼光谱对负极材料的表征应用实例

已实际用于锂离子电池的负极材料一般都是碳素材料，如石墨、软碳(如焦炭等)、硬碳等。石墨材料在 $1000 \sim 2000\text{cm}^{-1}$ 之间会出现强烈拉曼特征峰，所以拉曼光谱是比较理想的分析石墨材料的手段之一。

赛默飞公司的拉曼光谱仪可为石墨及石墨烯的表征提供以下信息：

- 石墨及石墨烯的分子结构
- 石墨及石墨烯晶型形态表征
- 石墨烯层数，层厚以及层间方位
- 石墨烯质量 - 缺陷
- 石墨烯相区尺寸
- 石墨烯应力
- 化学修饰

赛默飞公司的拉曼光谱仪采用独有的激光功率精细调节技术，能够实现 80 级以上的准连续激光功率调节，调节步长 0.1mW，是理想的石墨材料的分析工具。

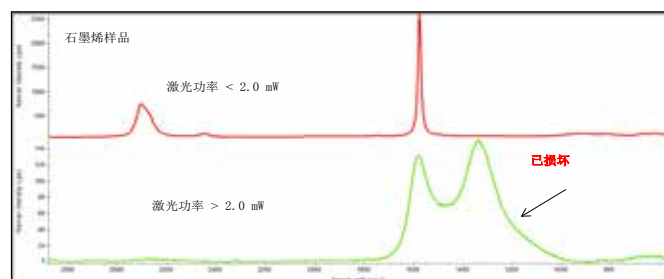


图 1. 如果激光功率过大，样品可能会破坏，所以为了确保在不损坏样品的情况下，获取最佳的拉曼信号，激光功率的精细调节非常关键



赛默飞独有的精密激光功率调节器

拉曼光谱具有指纹识别特征，不同的物质拥有其特征的拉曼振动峰，基于此可实现对物质结构的快速鉴别。金刚石作为碳元素的一种形态在 1342cm^{-1} 有强烈的拉曼特征峰，该特征峰能将金刚石与硅和锗等物质鉴别区分。

图 2. 不同物质的拉曼谱峰位移，以此来说明拉曼光谱对不同物质的鉴别能力

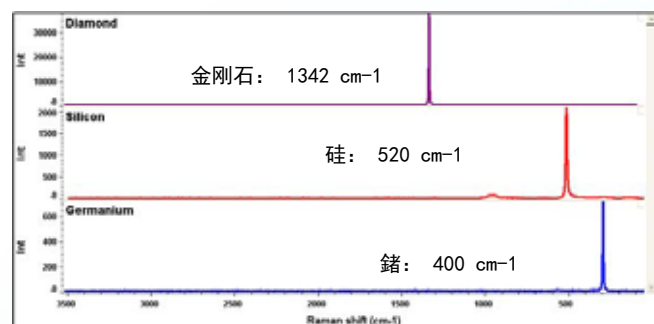


图 2

拉曼不仅可以鉴别不同的物质，甚至可以对同一物质的同素异形体，比如不同晶型，不同相态的同一物质进行表征。石墨的拉曼光谱在 $1000 \sim 2000\text{cm}^{-1}$ 之间会出现两个拉曼峰，分别是 1582cm^{-1} 的 G 峰和 1330cm^{-1} 的 D 峰。D 峰与石墨片的缺陷有关。拉曼光谱能够通过通过对 D 峰的分析帮助判断石墨化程度的高低以及石墨晶粒的成长，从而也可以进一步帮助提前判断负极材料的电化学性能。

图 3. 石墨的 G 峰和 D 峰的拉曼信号

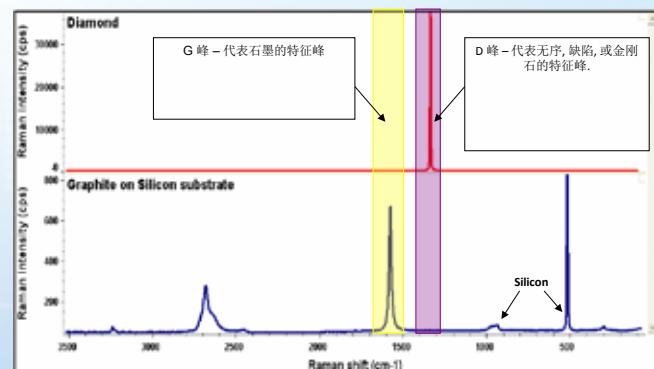


图 3

拉曼光谱在负极材料的应用实例

石墨烯因其良好的导电性能和倍电性能成为锂电池行业的一个热门材料。石墨烯在合成剥离过程中，往往会出现多层现象，而石墨烯的层数直接与负极材料的电化学性能相关，所以在石墨烯的合成中，需要对石墨烯的层数进行表征。通过拉曼光谱中 G 峰和 2D 峰的相对强度比值就可帮助判断单层和多层石墨烯。

赛默飞的 DXR 系列拉曼光谱仪不仅为石墨烯的 D 峰，G 峰以及 2D 峰的分析提供了很多独有的高精度分辨技术，同时也为复合负极材料分布以及石墨烯生长分布提供了超快速成像功能。

图 4. 石墨和单层石墨烯的 2D 峰和 G 峰的比较

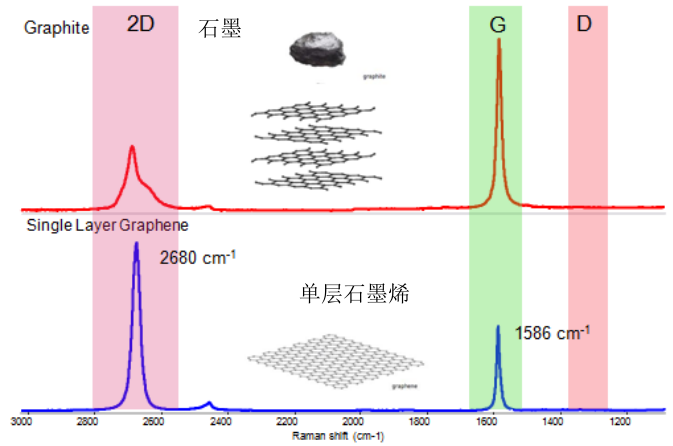


图 4

右图为赛默飞公司 OMNIC 软件独特的分峰拟合功能，能从石墨烯 2D 峰的形态来进行分峰拟合，从而帮助推算表征石墨烯层数信息。

图 5. 通过 OMNIC 软件的分峰拟合功能对不同的石墨烯样品进行准确的层数表征

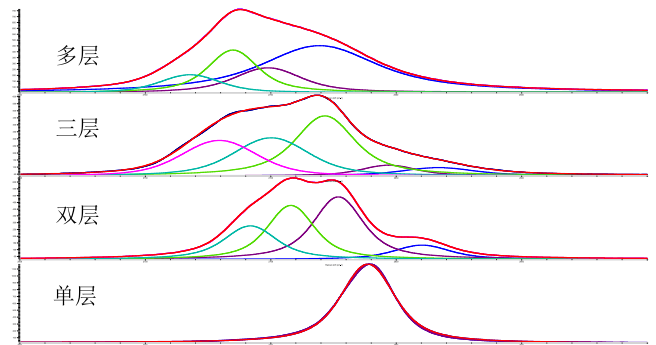


图 5

赛默飞公司 DXR 系列的拉曼光谱仪提供的卓越空间分辨率能帮助表征整片生成的大面积石墨烯样品中的不同区域的层数。

图 6. 利用赛默飞公司 DXR 显微拉曼光谱仪和 OMNIC Atlas 拉曼成像软件快速表征整片石墨烯中每个区域的层数。

OMNIC Atlas 不仅可以提供快速面扫描功能，并且可以结合 OMNIC 的分峰拟合功能，成功表征出不同区域石墨烯的厚度和层数。这将对研究石墨烯的生长及其均一性提供宝贵的信息。

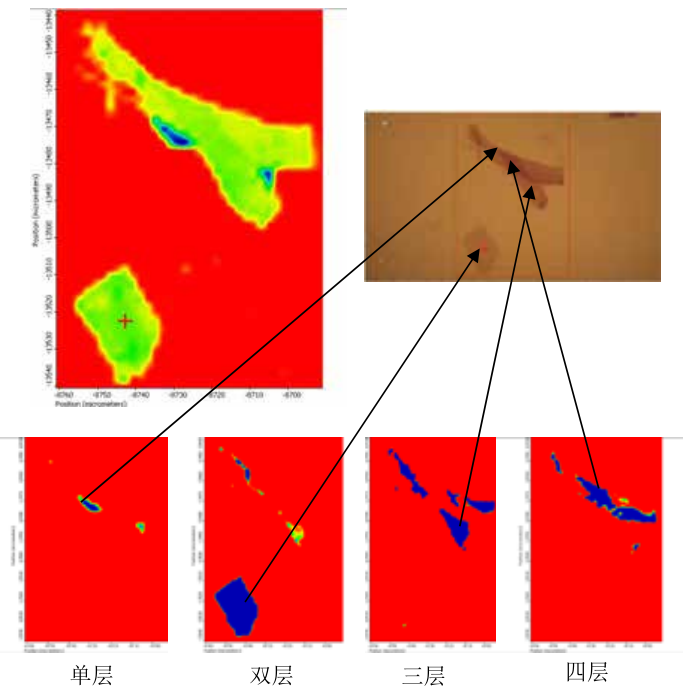


图 6



超快速拉曼成像在锂电原位和非原位检测中的应用

在锂电池的研究中，我们不仅关心锂电材料的表征，更关心锂电材料在实际的充放电过程中的物质组成变化，形态，化学结构以及分布等各种信息，从而帮助我们更好的理解锂电池安全性能以及化学结构变化与电化学性能之间的关系。

固体电解质界面（SEI）膜是在电池使用过程中在电极的表面形成的一种膜，而它的形成被研究者证明是影响锂电池使用寿命的主要因素之一。固体电解质界面膜是在锂电池最初的几次充放电过程中由于无机和有机化合物的沉积所形成的，它的形成将使电极趋于稳定，降低电极中化合物的进一步分解，并且使电池的可逆容量得到提高。

赛默飞公司的 DXRxi 显微拉曼成像光谱仪为研究固体电解质界面（SEI）膜提供一个快速，高分辨率高灵敏度的理想表征工具。它可以提供原位或者非原位的检测，能为过程研究提供更多更全面的化学信息。

图 7. 采用 DXRxi 显微拉曼成像光谱仪对锂电池负极材料横切面进行拉曼成像分析的实验结果。铜基片显示在中间，而两边涂层为负极材料。DXRxi 的快速拉曼成像图显示铜基片一侧的负极材料涂层主要是由炭黑组成（红色），而另一层则主要由活性石墨相（蓝色）组成。

图 8. DXRxi 显微拉曼成像光谱仪原位表征负极在充电过程中的化学变化，并且通过 3D 图像方式，引入时间维度，清楚准确显示了负极材料在 500 分钟的充电时间中的拉曼振动峰位移过程（左下角为 3D 成像图）。3D 图清楚显示在 1580cm^{-1} 有明显的拉曼信号（G 峰），在充电到了 0.42 至 0.31V 之间，G 峰逐步消失，并在 1590cm^{-1} 形成了一个谱峰，而这个拉曼位移正是由于锂离子嵌入到石墨层所导致。右上角的二维拉曼谱图能很好的显示在充电过程中所形成的拉曼振动峰位移。

图 9. 在充电循环过程快结束时（第 496 分钟），其电势值小于 0.15V，拉曼光谱在 154cm^{-1} 处出现了一个较强的振动峰。而这是之前在非原位分析中从未观察到的谱峰位移。

右图是用 OMNICxi 软件中的 MCR 功能（多元曲线分辨），将充电过程中不同时间段的拉曼谱峰表征出来，蓝色代表 1580cm^{-1} 谱峰，绿色代表 1590cm^{-1} 峰，而红色代表炭黑，一种电导率促进剂。

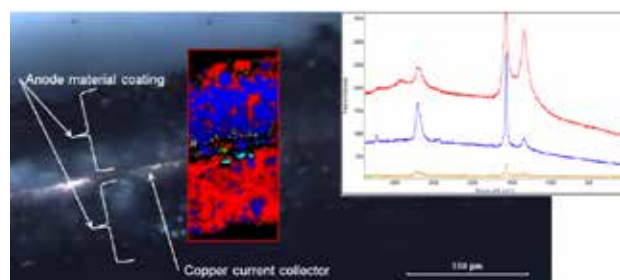


图 7. 锂电池负极横切面拉曼成像光谱图

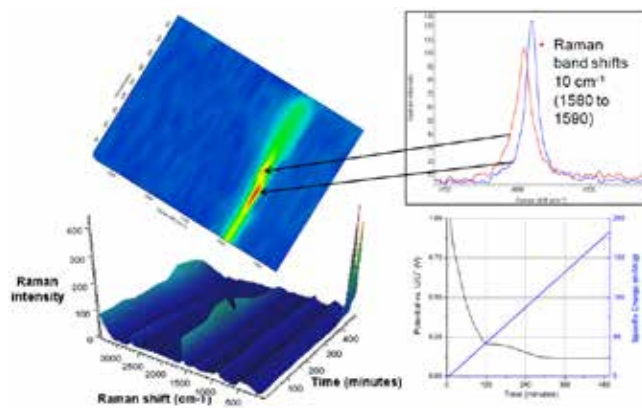


图 8

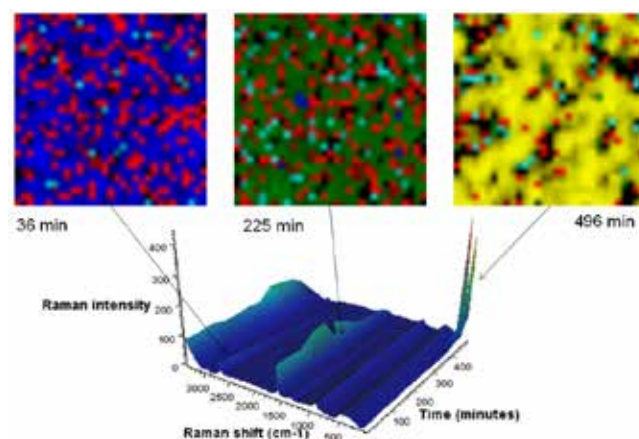


图 9

拉曼光谱在正极材料中的表征应用实例

为锂离子电池开发新的正极材料一直是一个非常活跃的研究领域。LiCoO₂ 是锂离子电池的经典正极材料，但该材料存在成本高、安全性低和毒性的问题。锰尖晶石 LiMn₂O₄ 是一种低成本、更为安全和环保的替代品，该正极材料被用于一些商用锂离子电池。该材料在使用中随时间容易发生容量衰减。容量衰减的主要原因是高电势下 Mn^{III} 发生歧化反应导致的锰 (Mn) 溶解。该溶解可由在材料内掺入其它过渡金属来抑制。拉曼光谱可以从分子结构的角度来给不同条件下的络合提供化学信息。

图 10. DXR 显微拉曼光谱仪分析不同物相的 LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄。P4₃2 相材料的光谱谱峰更强更尖锐，580–600 cm⁻¹ 附近的谱峰 (尖晶石的 T_{2g} 谱峰) 被分为两部分，而 Fd3m 相材料中的光谱只有一个谱峰。Fd3m 相为无序结构尖晶石，P4₃2 为有序结构尖晶石。

图 11 表明不同的反应条件如何生成不同的物相。在材料中掺入铝 (Al) 或锆 (Zr) 能够促成有序尖晶石结构的形成，而掺入钨能够促成无序尖晶石结构的形成 (见图 3)。

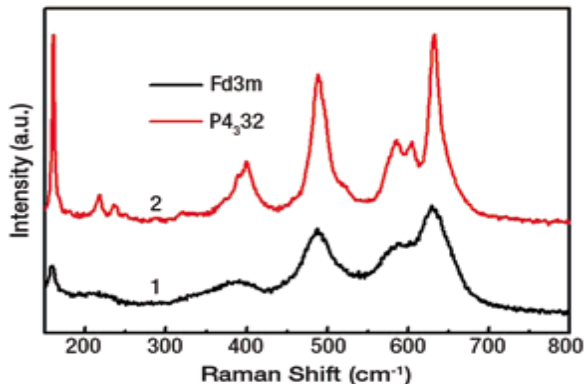


图 10

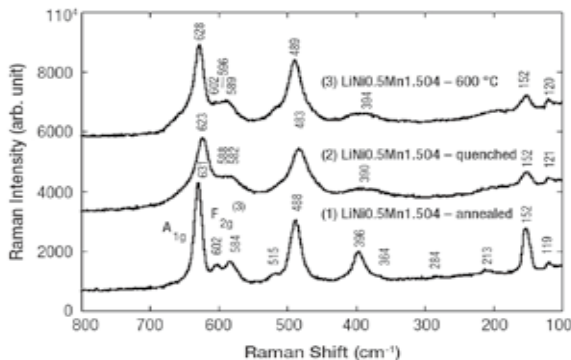


图 11

拉曼光谱在电解液和隔膜中的应用实例

锂离子电池中常用的电解质是 LiPF₆。LiPF₆ 主要需注意的方面是必须小心地保持其干燥，以避免水解作用生成腐蚀性的 HF。其他诸如 LiAsF₆ 等电解质是具有毒性的。一些锂盐的离子电导率较低 (如 LiSO₃CF₃)，一些锂盐在电极表面形成较高的电阻屏障 (如 LiBF₄)。所有电解质选项均非最佳选择，因此，开发新的电解质是改善锂离子电池性能、成本、环境影响和安全性的机会。

赛默飞 DXR 系列拉曼光谱仪通过高空间分辨率，高灵敏度性能可以对分子结构和本地化学环境进行探测，不仅可用于对新电解质材料进行表征，也可用于研究材料中更为微小的变化。例如，可将 DXR 拉曼光谱仪用于研究溶液和聚合物材料中电解质离子的缔合度。离子缔合直接影响到离子的迁移和导电性，从而也影响电池的性能。

图 12: PEO 薄膜中 Cx₂ 的空间分布。基于 Cx₂ 的 1600cm⁻¹ 谱峰与 PEO 的 840cm⁻¹ 谱峰强度比的拉曼图像。红色表示 Cx₂ 的含量较高，蓝色代表 Cx₂ 的含量较低。

图 13: PEO-LiCF₃SO₃ 薄膜非结晶区拉曼光谱的分峰拟合结果。756cm⁻¹ 处的谱峰来自自由离子 (42%)，759 cm⁻¹ 处的谱峰来自离子对 (58%)。

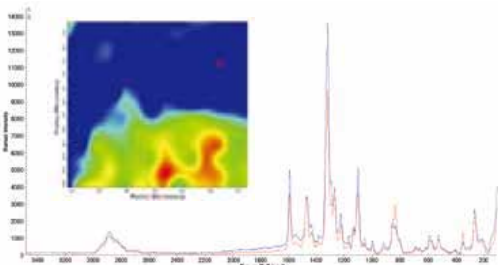


图 12

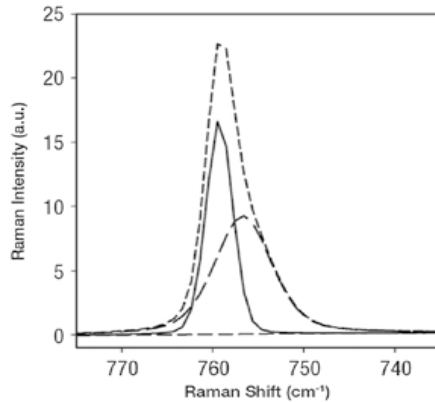


图 13

傅里叶变换红外光谱解决方案



iS5 常规分析型傅里叶红外光谱仪能为锂电材料研究提供卓越的光谱性能和分辨率；并且其紧凑的设计和简单的操作可为锂电材料的原位研究提供便捷的解决方案



iS10 分析型傅里叶红外光谱仪能为锂电材料研究提供卓越的光谱性能和分辨率；每秒 40 张谱图的快速扫描性能更是为电池材料的原位研究提供了有力的有效



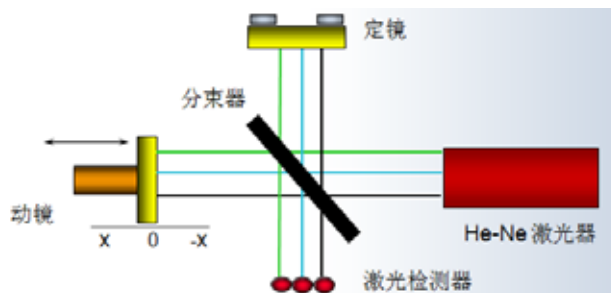
iS50 研究型傅里叶红外光谱仪提供了强大光学平台，能进行步进扫描功能，并且可提供每秒高达 130 张谱图的快速扫描性能，为原位监测锂电材料在充放电过程中的电化学反应提供了理想的工具



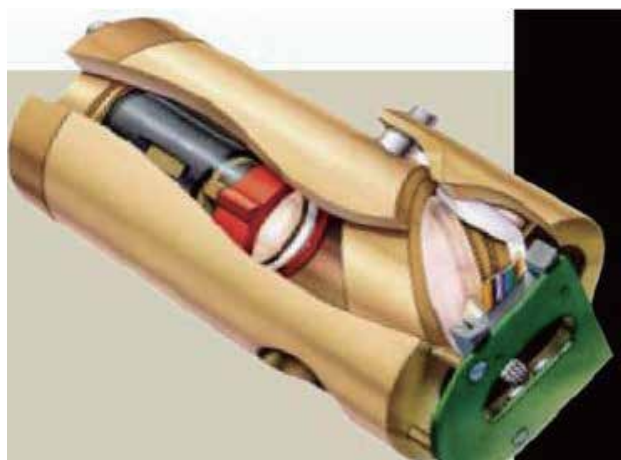
赛默飞公司旗下的分子光谱部门前身美国尼高力仪器公司（Nicolet）是世界上最大的傅里叶红外光谱仪（FT-IR）和拉曼光谱仪（Raman），以及近红外光谱仪（NIR）的专业制造商。

几十年来以其精湛的技术、卓越的产品和优质全面的服务居于世界红外及拉曼领域的前列、并在全球范围内具有最大的市场占有率。尼高力以其卓越的成就曾赢得至高无上的美国总统“E 星奖”，并且历年来多次被世界著名分析仪器杂志和权威机构评为 FT-IR 购买首选和用户最满意的 FT-IR 供应商。

Nicolet 红外光谱仪多年来凭借以应用为核心的价值主张，开发出了磁浮式干涉仪，金刚石切削整体铸模等专利技术，为材料研究和电化学研究用户等都提供了准确稳定可靠的结果，因为也赢得了全球上千家前沿材料研究实验室的信任，成为他们长期合作的伙伴。



专利的磁浮式干涉仪提供 130,000 次 / 秒 DSP 动态调整频率，确保了稳定可靠的结果



Nicolet 傅里叶变换红外光谱技术在界面过程的研究案例

固体电解质膜的研究对提高电极材料与电解液的相容性和锂离子电池安全性能具有重要意义。

界面反应的傅里叶变换红外光谱非原位过程研究是指当界面反应进行到一定阶段时，将电极材料从电解液中取出，利用傅里叶红外光谱技术来分析其表面化学组分变化，这种研究方式可以排除电解液对红外光谱光谱的干扰。

正极材料在电解液储存一段时间后，通常会自发生成一层固体电解质膜（SEI）。通过 Nicolet 漫反射傅里叶红外光谱技术比较了 $\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$ 和 LiMn_2O_4 在电解液中的自发反应过程。

$\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$ 和 LiMn_2O_4 电极材料在 $\text{LiPF}_6/\text{EC} + \text{DMC}$ 中储存前后的 FTIR 谱图如右图 14 所示。储存前， $\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$ 材料上观察到 Li_2CO_3 吸收峰，这是由于表面 O 负离子与大气中 CO_2 反应所导致；储存后，检测到聚碳酸酯和 ROCO₂M。但是在储存前后的 LiMn_2O_4 电极上没有观察到相应的红外吸收峰，说明 LiMn_2O_4 对电解液反应活性较低。

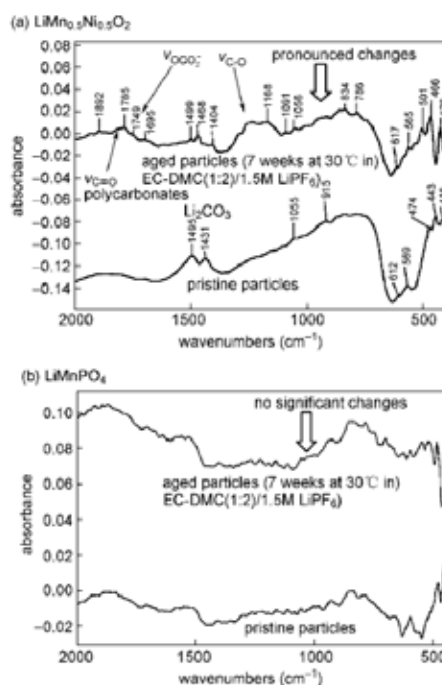


图 14

Nicolet 傅里叶变换红外光谱技术在界面过程的原位研究案例

傅里叶红外光谱技术在电化学体系的原位研究可以帮助分析表面吸附物种，中间产物和最终产物，以及研究反应分子在电极表面成键、配位、取向、转化等过程。

近年来，原位傅里叶红外光谱在电化学体系研究大致可以归纳为以下几种技术：

- 偏振调制 (PM) 红外反射吸收光谱
该方法可测量电极表面吸附物种的信息，可在单个电位下获得原位红外光谱，明确指纹峰的指认
- 步进扫描时间分辨显微原位傅里叶红外反射光谱
该方法通过步进扫描的方式，大幅度提高了红外检测的时间分辨率，可用于研究分子水平上的反应动力学

因为电池材料往往都有很强的空气及湿度敏感型，所以对电池材料的原位分析我们通常在如右图 15 所示的手套箱中进行。



图 15. Nicolet 傅里叶红外光谱仪在锂电池手套箱中的应用实例

Nicolet 傅里叶变换红外光谱技术在界面过程的原位研究案例

在界面过程的原位傅里叶红外反射光谱研究中，电位差谱技术和微弱信号检测技术已广泛应用于提高电化学原位傅里叶红外反射光谱的信噪比。薄层电解池和衰减全反射（ATR）电解池技术因其能有效帮助克服电解液对红外光的吸收，因此被广泛使用到了锂电池的红外原位光谱研究中。

右图 16 为 ATR 原位反应池

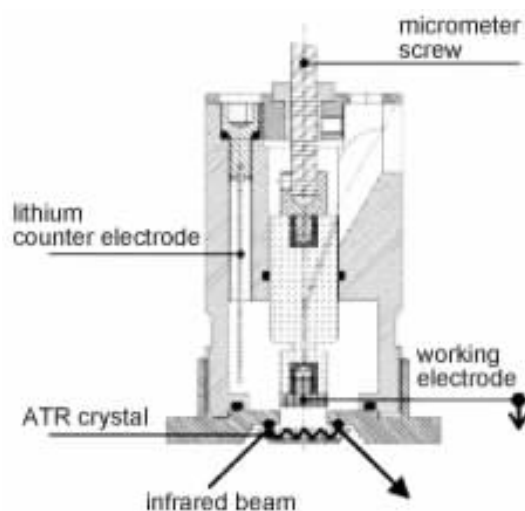


图 16

锂电子嵌脱过程可通过原位傅里叶红外反射光谱表征，锂电子嵌脱导致发生溶剂化 / 去溶剂化过程，从而使得相关物种的浓度和红外吸收频率发生变化。

右边的图 17 给出了几种锂电负极材料在锂电子嵌入时的原位傅里叶变换红外光谱

a: Sn 负极; b: Sn-Co 合金负极; c: 石墨负极; d: Cu 电极; 电解液为 1 M LiPF₆/EC + DMC (1: 1)

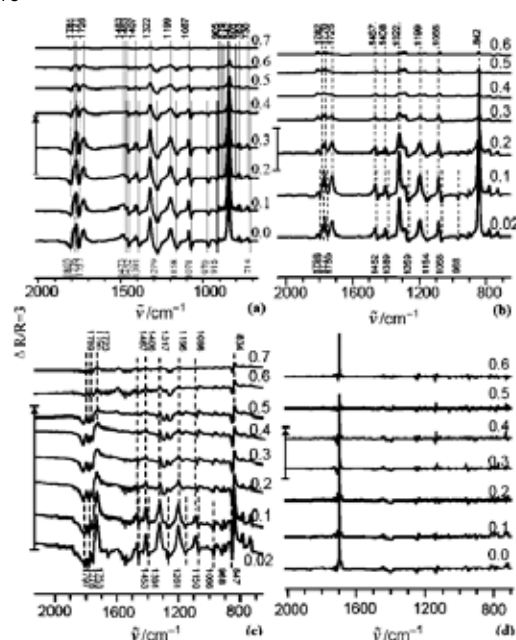


图 17

A 图证实并诠释了锂离子嵌脱过程的变化。这是由于当锂离子与 Sn 电极合金化时，PF₆⁻ 阴离子从溶液薄层扩散到本体溶液，锂离子首先从 Li(sol)⁺n 去溶剂化，然后与 Sn 电极反应，从而导致薄层溶液中自由的溶剂分子增加，而 Li(sol)⁺n 减少。

原位傅里叶红外反射光谱研究电解液还原过程，有助于认识 SEI 膜的形成机制。右边图 18 给出了 Sn 负极在 LiPF₆/EC + DMC 电解液中，从 1.5V 阴极极化到 1.1V 是的原位 FTIR 谱图，这个电位区间的界面反应主要对应电解液的还原过程。1768, 1723 和 1325, 1201 处的正向峰表明了 Li(sol)⁺n 被还原。1809, 1780, 1759, 970, 917, 874, 796, 778 以及 724cm⁻¹ 的负向峰指示自由溶剂分子在薄层中浓度的增加，说明自由溶剂分子从本体溶液扩散到薄层溶液。1481-1416cm⁻¹ 的宽峰归属于电解液及其还原产物 C-H 键的红外吸收。1648, 1225, 1184, 1094, 949 以及 846cm⁻¹ 新的负向峰归属于电解液的还原产物和红外吸收峰。

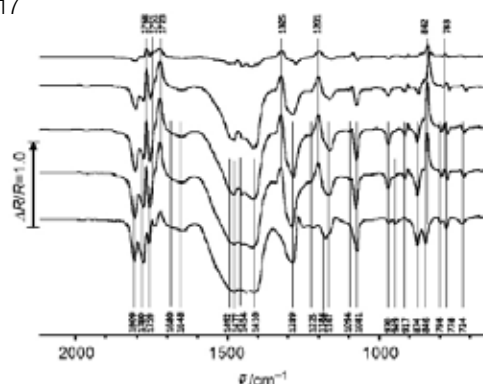


图 18

X 射线光电子能谱 (XPS) 解决方案



K-Alpha⁺ X 射线光电子能谱仪

为常规或研究级的材料表征提供高效，直观和性能卓越的化学分析能力



ESCALAB 250Xi 定量成像和多功能表面分析 XPS 能谱仪

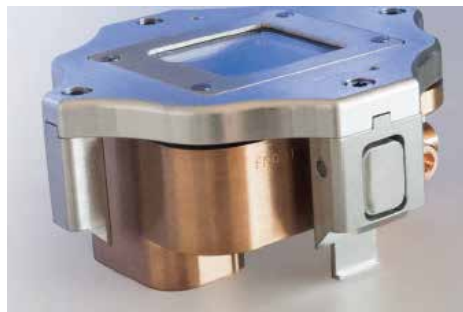
为研究级的材料表征提供了一个可灵活扩展，系统优化以及多分析技术兼备的强大集成化平台。实现了无与伦比的灵活性和完备的专业配置选项，前沿技术，直观的软件操作以及硬件配置。为材料研究的用户带来了世界一流的实验结果和工作效率。

X 射线光电子能谱不仅能测定材料表面的元素组成信息，还可以给出各元素的化学状态信息。因为该技术的表面敏感性和化学态敏感性，XPS 被广泛应用于锂电池研究中，为正极材料的表征提供丰富的信息。甚至于 XPS 还可以为锂电池提供原位的充放电表征解决方案，帮助剖析锂电材料在充放电过程中所发生的变化，为如何提高锂电池安全性，锂电池寿命提供更多的信息。

Thermo Scientific™ XPS 能谱仪能够应对最具挑战性的表面、薄膜以及界面问题。我们的分析创新使得处于材料科学最前沿的科学家，能够在超薄膜和纳米技术开发等领域取得瞩目的进展。无与伦比的易用性、世界一流的软件以及高样品通量为生产和分析实验室提供出色的结果。对任何在表面科学领域的新问题，我们功能全面的 XPS 能谱系统都可以高效、灵活地提供可靠的解决方案。

赛默飞世尔公司的 K-Alpha⁺ 和 ESCALAB 250 Xi 系列 XPS 能谱仪的以下功能成为了锂电材料分析的首选：

- 卓越的性能，为材料表征用户提供了无与伦比的检测灵敏度，高能量分辨率和空间分辨率以及长期稳定性
- XPS 化学成像，通过卓越的二维电子检测系统分析材料表面的任意一个小区域特征的信息，实现整个样品台范围内的化学态成像分析
- 深度剖析，采用最先进的气体团簇和单粒子复合型离子枪技术，其自动化调节功能保证高质量的刻蚀坑和剖析速度，实现优异的可重复性；并可实现高分子聚合物的深度剖析
- 配备专利的双束中和系统，能实现最佳性能的电荷补偿能力，轻松分析绝缘样品
- 清晰的样品观察视野和直观方便的样品导航能力，可实现全自动化无人值守式分析测试
- 高真空转移模块可以保证锂电材料在真空环境下进行检测，不受外界环境干扰



X 射线光电电子能谱负极材料表征案例

随着批量化生产以及大尺寸等难题的逐步突破，石墨烯的产业化应用步伐正在加快，新能源锂电池是石墨烯最早商用的一大重要领域。石墨烯具有良好的化学稳定性、优异的导电性和机械柔性，非常适合于对电极材料进行改性。

XPS 作为一种高效的检测分析手段，在石墨烯材料的表征检测中发挥了重要的应用。如图，角分辨 XPS 技术可以实现对石墨烯超薄薄膜的厚度信息进行检测。该案例中在 SiO₂ 表面制备得到的石墨烯薄膜样品，其厚度不均。通过角分辨 XPS 技术结合 Thermo Avantage 强大的多层膜分析模型计算器，可以快速直观地得到不同位置的石墨烯厚度信息。如图所示，对不同区域的石墨烯厚度进行了表征。

同时，使用 XPS 平行成像技术对石墨烯样品进行面内表征

通过分析每种元素的平行成像信息，可以鉴别出 C 的两种化学态：污染 C-C 和石墨烯 C=C，以及来自于衬底 SiO₂ 的 Si 和 O 元素化学信息

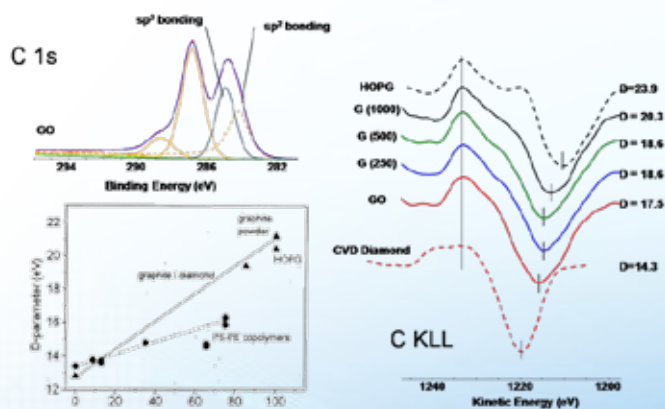
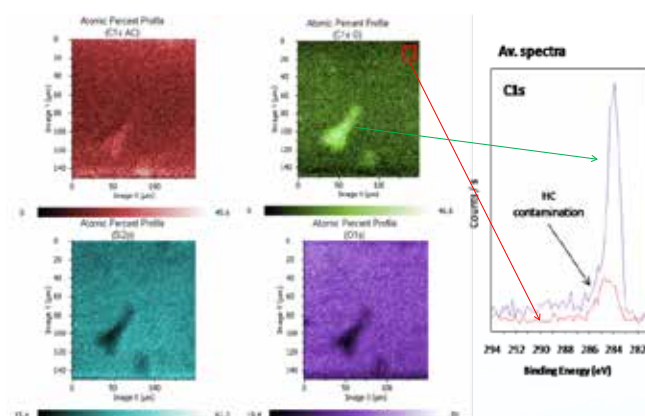
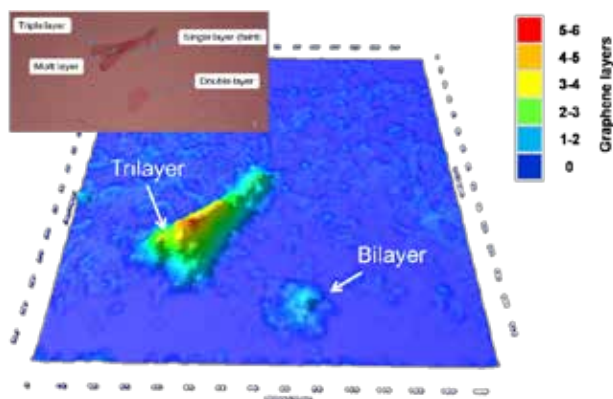
XPS 平行成像图谱每个像素点都包含一个 XPS 谱图，所以我们可以选择任一相对均匀的区域来进行回溯成谱，分析高分辨率 XPS 图谱

两个区域回溯成谱，红色区域——污染的 C-C 键信号；紫色区域——明显的石墨烯 C=C 信号

传统的 C1s 分峰拟合来实现氧化还原石墨烯中石墨烯 C=C 纯度的定量具有一定的技术局限性，而通过检测分析 C 的 KLL 俄歇峰，可以更快速直接地对氧化还原石墨烯进行半定量分析。

通过采集 C KLL 俄歇峰并进行微分处理，可以定量得到一个 D-因子参数。

通过对比数据库的 D- 因子，可以简单定量 C 材料中 sp²/sp³ 化学键的百分比



X 射线光电子能谱正极材料表征案例

锂电池的正极材料一般都是含有锂元素以及可变价过渡金属元素的材料，不同的价态过渡金属的组成可以给锂电池带来不同的性能。最常见的一种正极材料就是六方层状结构 LiCoO_2 ，立方尖晶石结构 LiMn_2O_4 ，正交橄榄石结构 LiFePO_4 ，以及 $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{Co}_z)\text{O}_2$ 等。

锂电池材料对空气和湿度非常敏感，而赛默飞公司为锂电材料的 XPS 分析测试开发了卓越的真空样品传递模块，可以保证电极材料样品在制备完成后不接触空气或者湿度的干扰，以实现高质量的 X 射线光电子能谱表征。

该研究案例是对两个不同正极材料进行 X 射线光电子能谱表征，一个样品是刚制备好，从未使用过的正极样品，另一个则是已经经历过数次充放电过程的正极样品，当该样品被从锂电池中取出的时候，处于充满电的状态。

如右边图所示，X 射线光电子能谱结果表明，两种正极材料都是 $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{Co}_z)\text{O}_2$ ，通过粘结剂介质粘结在一起。粘结剂采用的是一种含 F 和 O 的聚合物。在刚制备好的正极样品的表面，通过 X 射线光电子能谱分析，我们能看到很多粘结剂的残留。这一发现对评估正极产品质量非常关键，因为残留的粘合剂可能会进入电解液，与电解液反应并产生一些阻碍电子流动的表面膜，从而影响电池的性能。

对已经使用过的正极样品用 X 射线光电子能谱进行表征，同样发现了粘合剂和电解液在正极样品表面的残留。右边图所示，Ni，Mn 和 Co 三种元素在新制备的正极样品和已经使用过的正极样品表面的含量非常接近，但是 Li 元素的含量在相比于新制备的正极样品只有 40% 的水平。这个与预期的结果十分一致，因为当电池充好电的时候，锂电子的状态应该是从正极材料转移到了负极材料，所以正极材料中的锂元素含量会大幅降低。

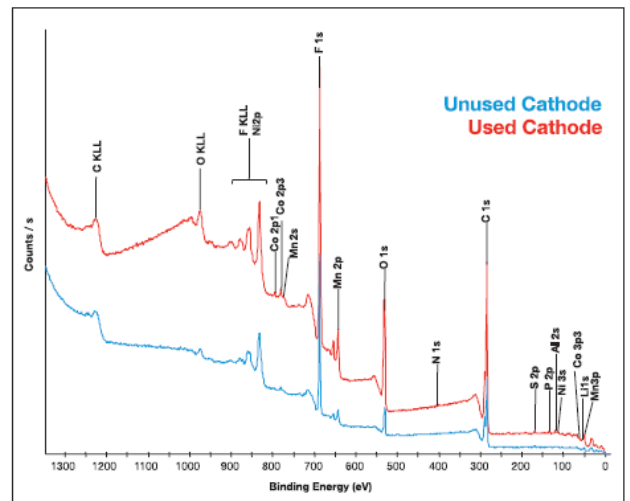
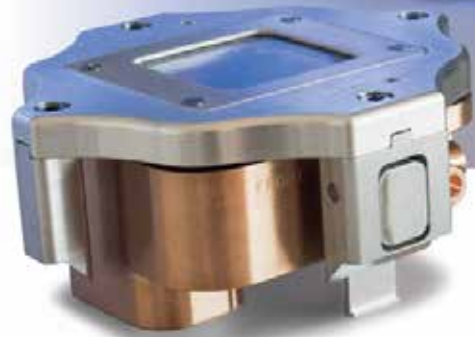


Figure 3: Survey spectra from pristine cathode (blue) and cycled cathode (red) samples

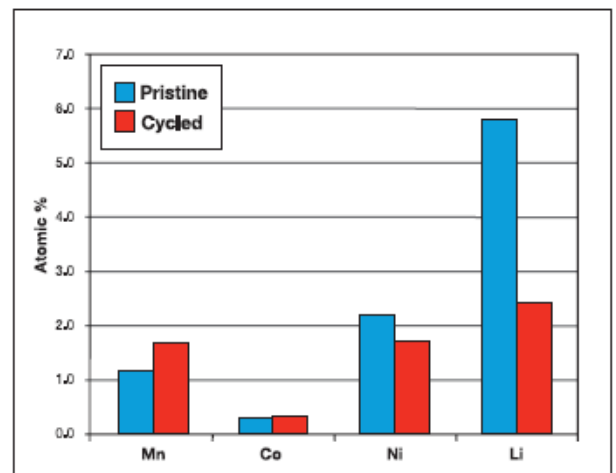


Figure 4: Composition variation for the NMC components

picoSpin 80 台式核磁共振波谱仪



锂电池电解液中经常会需要添加不同的添加剂可以适当改善电解液性能，比如可以增强导电性能，热稳定性等。所以研究电解液配方，以及如果合成理想的添加剂也是锂电池研究很重要的环节。

不管是研究电解液配方，还是合成理想电解液添加剂，都需要对其中添加剂的化学结构进行确认。核磁共振波谱就是作为化学结构确认的有力工具。picoSpin 打破传统核磁的设计，结构坚固、重量轻，尺寸小，成为了第一个能走进合成实验室通风橱，反应操作台或者核磁教学讲台的核磁波谱仪。自 2011 年推出以来，因其以创新为核心的价值主张，独特的产品定位，以及在同类产品中卓越的性能表现，已经获得了无数实验室的青睐和认可，并获得了业界很多专家的肯定，以及用户的信任。

提高您的工作效率

无论您是做合成反应设计，或是合成过程分析，或是教学实验，picoSpin 系列核磁共振波谱仪都能凭借它独特的设计及优异的性能，能在第一时间给您实时结果，最大程度减少您的准备工作，简化您的操作，提高您的工作效率。

操作简单方便

picoSpin 操作简单，样品与样品之间无需匀场，无需锁场，对于液体样品无需配备氘代试剂，即使对核磁操作经验有限的技术人员或者学生也能轻松上手

该系列仪器拥有内置的网络服务器，可极为方便地通过网络浏览器进行远程监控或操作。如有无线网络，您甚至可在平板电脑或智能电话上对仪器进行操作。

使用及维护成本低

picoSpin 采用温控永久磁体，无需低温维护，为您的实验室最大程度降低操作和运营成本。

picoSpin 凭借其独特的定位，以用户需求为核心的价值主张以及完整的解决方案提供，赢得了近 500 家全球合成实验室，核磁教学实验室以及毒品实验室的青睐。

• 独特毛细管进样

无需配备昂贵的核磁管，液体样品可以直接检测，无需氘代试剂，不同样品之间无需匀场；进样量小，可以完全回收液体样品以便进行其它方法分析是监控化学反应的最佳选择



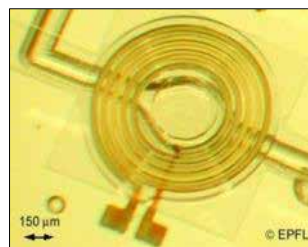
• 永久磁体

仪器运行费用低，不需要液氦液氮，空气压缩机，UPS 等繁琐附件



• 微线圈技术

线圈小，磁场均匀性好，峰型尖锐



• 坚固一体化

无移动部件；维护简单，磁体磁场强度稳定，只需通电即可。

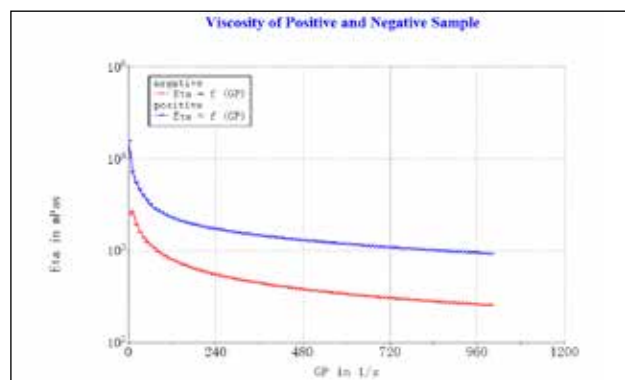
旋转流变解决方案



HAAKE Viscotester iQ 智能粘度计

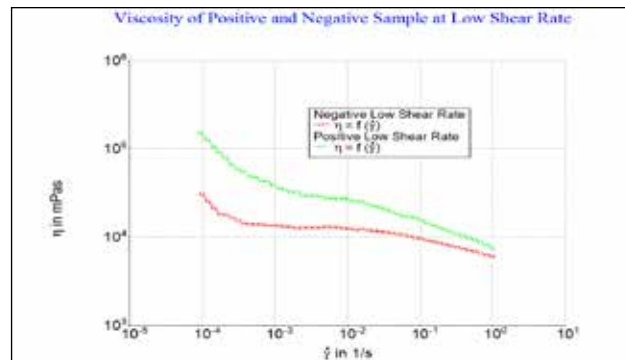
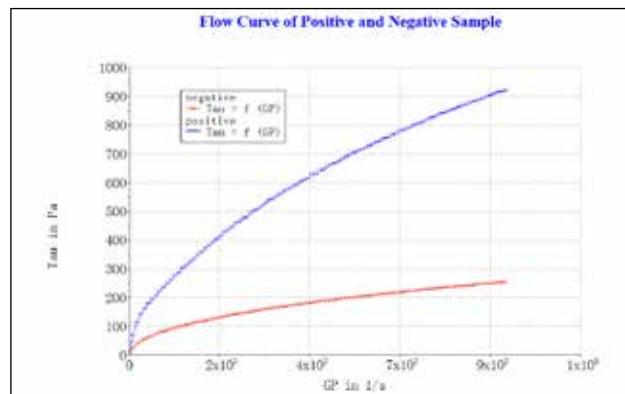
直观、人性化的操作界面以及灵活强大的硬件配置和软件功能可以为锂电池不同材料的生产质控管理提供智能化的解决方案

旋转流变仪在锂电池行业有着重要的应用，尤其是在合浆过程中对于正负极浆料流变性能的确切及配方、工艺的优化有着重要的指导意义。例如，可以通过测试正负极浆料的屈服应力来评价沉降性能；可以通过测试零切粘度来评价样品的储存及运输稳定性及分散性能；可以通过测试高剪切速率下的粘度来评价样品的施工性能；可以通过测试样品触变性来评价其流平性能等。



HAAKE MARS 旋转流变仪

模块化、可扩展的流变测试平台是锂电池材料配方研发以及工艺优化的理想选择



薄膜测厚仪解决方案



凭借 20 多年在薄膜测厚解决方案的经验，赛默飞公司推出的 21 Plus ! 系列薄膜测厚传感器凭借卓越性能及可靠性成为锂电材料测量与控制平台上的首选方案。

适用于正负极材料面密度测量的 Beta Plus 传感器具备以下优势：

- 卓越的信噪比
- 独特的狭缝型放射源几何形状，有助于尽可能准确地测出面密度，并获得最高的边缘分辨率
- 性能无与伦比，动态扫描重复性为 +0.2%（氮 -85）

Prosis 红外传感器采用非放射性先进测量技术，是测量隔膜厚度的理想解决方案。专业设计的 Prosis 红外传感器具备以下优势：

- 可提供最高的精确度和测量分辨率
- 其光谱范围更宽，可同时测量多种不同组分材料
- 可分析隔膜在近红外能谱的全光谱响应并提供最准确的厚度测量
- 提供智能化锂电电子电池涂布应用软件包，结合使用，能够自动识别正极或者负极的涂布段与间隙段，并且与 Beta Plus 联用，能精准的测出面密度，尤其适用于陶瓷或者其他类似无机材料涂布的隔膜

在锂电池材料的生产过程中，无论是隔膜材料的生产或者涂布，还是正负极材料在箔材上的涂布，都需要用到专业准确的测厚设备，才能保证锂电材料的生产质量。

在正极铝基板上或负极统计版上的连续或块状涂装是一项费用高昂，要求严苛的作业。正负极涂布的不均匀最终将导致电池结构变更；更糟糕的是，它可能形成降低电池效能的热点，缩短电池寿命，延长充电时间或加大温度失控风险。由于涂布后产品不可回收，因此精确测量基板两侧的涂布重量，对控制和完善生产工艺以及改进产能和质量至关重要

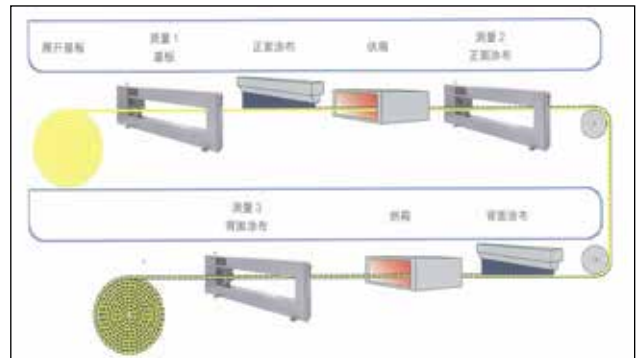


图 1. 正负极涂布示意图



图 2 Beta Plus 在正负极生产环节进行操控和数据传输的示意图

紫外可见光谱解决方案

Evolution220 紫外可见分光光度计



QC 实验室及研究型实验室首选
双光束

1 和 2nm 带宽可选;
AFBG 光学汇聚功能;

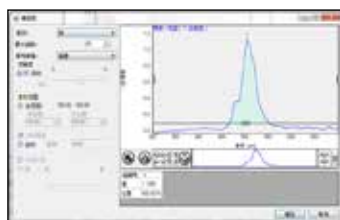
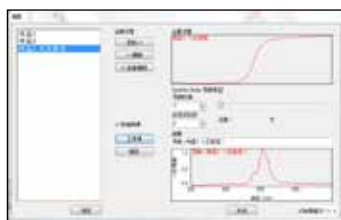
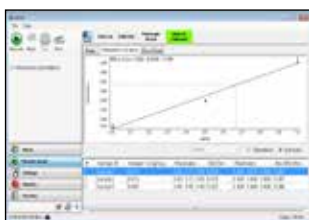
积分球附件



固体样品附件



固体样品附件



紫外吸收法是基于物质对不同波长的紫外光的吸收来测定物质成分和含量的一门分析技术。

其在材料表征中的应用十分普遍，如锂电池正极材料的禁带宽度测定，石墨烯及其衍生物紫外谱图定性分析等。

赛默飞紫外可见分光光度计为您的实验室保驾护航!

- 提高测试效率
 - 采用氙灯作为光源的 Evolution 220，无需预热，可实时进行测试
- 节约日常运行成本
 - 长寿命氙灯光源 3 年质保，只在测量时发光，提高光源使用寿命，降低使用成本
- 积分球附件
 - 积分球附件可用于固体粉末的全反射、漫反射检测，以及悬浊液透光率测试
 - 高反射率的 Spectralon 内部涂层
 - 积分球测试波长范围 220 - 1100 nm
- 专业的 INSIGHT 2.1 软件
 - 仅需点击按钮即可快速完成谱图转换、导数分析、峰值选取等工作，功能强大、操作简便快捷

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼

电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867

上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港

全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104，China

邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

ThermoFisher
SCIENTIFIC

The world leader in serving science



了解我们



微信公众号