Analysensysteme für die Prüfung von

Batterie-Komponenten und Roh-Materialien

made by ECH

ECH Elektrochemie Halle unterstützt Kunden, die sich mit der Prüfung von Batterie-Komponenten und deren Rohstoffen beschäftigen.

ECH bietet Analysensysteme für die Wassergehalts-Bestimmung in Kunststoffen, Metallen und Flüssigkeiten, für die Analyse von Störkomponenten wie H_2S in Batterie-Elektrolyten und Alkali in Kathoden-Materialien sowie für die Prüfung von Elektronik-Baugruppen.

Inhalt

Seite

Wasser-Gehalt von Batterie-Komponenten
Bestimmung normkonform gemäß ASTM, DIN EN, ISO
mit dem Karl-Fischer-Titrator **AQUA 40.00 Vario** 4
mit dem Karl-Fischer-Titrator **AQUA 40.00 Vario PLUS** 5
mit dem **AQUA 40.00 mit Hochtemperatur-Ofen HT 1300** 6

Probenvorbereitung für die hochempfindliche Wasser-Bestimmung
Unter kontrollierten Bedingungen Proben einwiegen und messen
mit der **GloveBox** 7

Rest-Alkali-Gehalt in Kathoden-Materialien
Bestimmung normkonform gemäß ISO 11045-1
mit dem volumetrischen Titrator **Titramax VT ALKALINITY** 8

H_2S-Bestimmung in Batterie-Elektrolyten
Untersuchung von Störeinflüssen
mit dem H_2S-Analysator **Sulfimax GX Go** 9

Schichtdicke von Metall-Oberflächen
Messung der Schichtdicke von Metallen auf Drähten und Bändern
mit dem **SnLAYER** 10

Mikro-Prüfmethode für Elektronik-Baugruppen
Bewertung der Qualität der Lötbarkeit und Sinterbarkeit von Oberflächen
mit dem **MiniTEL** 11

Wasser-Gehalt von Batterie-Komponenten

Bestimmung gemäß der Norm ASTM D 6304

aqua vario 40.00

Manuelle Version

Beschreibung

Die Entwicklung leistungsfähiger Batterien wird als Schlüssel für den Fortschritt in der Elektromobilität und für die weitreichende Nutzung erneuerbarer Energien gesehen. Lithium-Ionen-Batterien haben beachtliche Vorzüge gegenüber den konventionellen Batterien. Sie können in kompakten, leichten Bauformen hergestellt werden und weisen einen hohen Wirkungsgrad auf.

Der gesamte Aufbau des Lithium-Ionen-Akkumulators muss so erfolgen, dass der Wasser-Gehalt sehr niedrig ist (Gehalt an H_2O < 20 ppm), da sonst das Wasser mit dem Leitsalz $LiPF_6$ zu HF (Flusssäure) reagiert. Die Flusssäure führt zu einer starken Verringerung der Kapazität und Lebensdauer. Das bedeutet für die Produktion und Entwicklung die ständige Kontrolle der Wasser-Gehalte in allen verwendeten Grundstoffen und Baugruppen.

Der **AQUA 40.00 Vario** misst den Wasser-Gehalt von Proben aller Art präzise und genau. Hierbei wird die coulometrische Karl-Fischer-Titration mit der Headspace-Technik kombiniert.

Bei dieser Technik wird die Probe in ein Headspace-Fläschchen gefüllt und gewogen. Das verschlossene Vial wird im Headspace-Ofen platziert. Mit Hilfe von Ausheizprogrammen mit konstanter Temperatur oder intuitivem Temperaturgradienten im Bereich von 35 bis 300 °C wird das Wasser aus der Probe extrahiert. Von dort wird nur das Wasser in einem geschlossenen Gaskreislauf in die Titrationszelle befördert. Sobald das Wasser die Titrationszelle erreicht, läuft die coulometrische Titration ab, die genaue Messungen bis auf 1 ppm ermöglicht. Im Gegensatz zu den alternativen Methoden, dem Trocknungsverlust, spricht die Karl-Fischer-Titration nur auf Feuchtigkeit an, so dass jede potenzielle Kreuzkontamination vermieden wird. Diese Technik liefert nicht nur genauere Ergebnisse, sondern es wird auch viel weniger Probenmaterial (oft weniger als 1 Gramm) für die Analyse benötigt.

AQUA 40.00 Vario als manuelle Version

Features

- Geschlossener Kreislauf des Extraktionsgases ohne externe Gasversorgung
- Konfigurierbare Temperaturprogramme
- Manuelles Ofenmodul für kleine Anzahl von Proben
- Automatische Erkennung des wechselbaren Ofeneinsatzes
- Bevorzugt zu messende Proben vom Anwender individuell wählbar
- Software entspricht den Anforderungen der FDA 21 CFR Part 11 (Software mit benutzerspezifischem Zugang, Routine-Methoden für individuelle und definierbare Benutzerebenen, umfangreiche Dokumentation und Archivierung aller Messdaten)

Flexibel für verschiedene Vial-Größen

Einfach wechselbarer Ofen-Einsatz für verschiedene Vial-Größen mit automatischer Erkennung

Wasser-Gehalt von Batterie-Komponenten

Bestimmung gemäß der Norm ASTM D 6304

aqua 40.00 vario PLUS

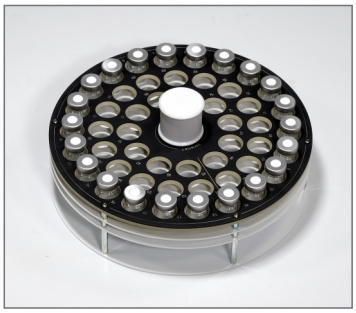
Automatische Version mit Autosampler

Beschreibung

Die manuelle Version kann später mit einem Autosampler erweitert werden, wenn die Anzahl der Proben steigt. Die automatische Version **AQUA 40.00 Vario PLUS** verfügt über die gleiche Ausstattung wie die manuelle Version und ist ebenso flexibel hinsichtlich der verwendbaren Fläschchengrößen. Die verwendete Ofeneinheit und der Probenteller werden automatisch erkannt. Die Probenteller haben je nach Größe der Gefäße bis zu 50 Positionen.

AQUA 40.00 Vario PLUS - automatische Version mit Autosampler

Flexibel für verschiedene Vial-Größen

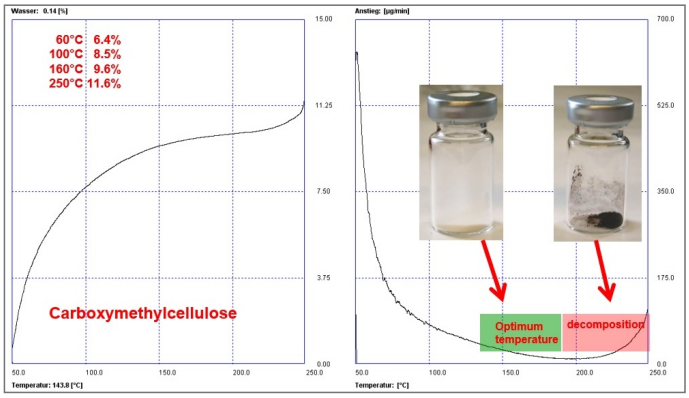


Einfach austauschbare Probenteller für verschiedene Vial-Größen mit automatischer Erkennung

SWOP Box - universelles Reagenzwechsel-Modul für alle Karl-Fischer-Titratoren (unabhängig vom Hersteller) für kontaktlosen Austausch der Reagenzien ohne Luftfeuchte-Eintrag

Vorteile beider Versionen

- Geringer Reagenzverbrauch
- Kein externes Gas notwendig
- Keine Verdunstung von Methanol aus dem Reagenz
- Zusätzliche Gastrocknung entfällt, da Extraktionsgas im Kreislauf geführt wird
- Permanente Titration für automatische Konditionierung und einfache Systemtests
- Kurze Messzeiten, auch bei komplizierten Proben
- Geeignet für mehr als 15 verschiedene Probengefäße (2 R - 50 R, entspricht 0,1 bis 40 mL Probenvolumen)
- Komplette Kunststoffkörper sind analysierbar
- Automatische Erkennung der eingesetzten Ofen-Einheit und des Probentellers im Autosampler
- Kompaktes Design



Wasserabgabe von Carboxymethylcellulose in Abhängigkeit von der Temperatur (Temperatur-Programm 50 - 250 °C, 3 K/min)

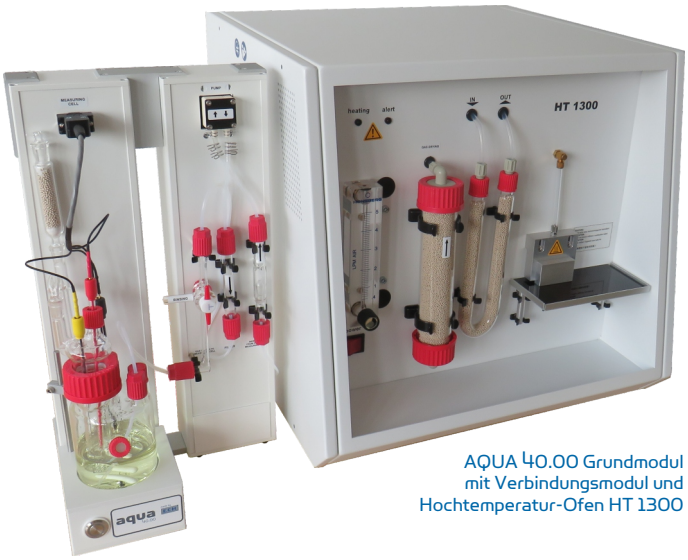
Wasser-Gehalt von Batterie-Elektroden

Wasser-Bestimmung bei Temperaturen bis 1300 °C

aqua 40.00 HT 1300

Beschreibung

Der Hochtemperatur-Ofen **HT 1300** ist ein Erweiterungsmodul für den Karl-Fischer-Titrator **AQUA 40.00** zur Wasserextraktion aus Proben, die die Feuchtigkeit erst bei höheren Temperaturen (300 bis 1300 °C) abgeben. Dadurch lassen sich sogar chemische Reaktionen, die unter Wasser-Freisetzung ablaufen, genauestens verfolgen.
Die Probe wird in einem kleinen Probenschiffchen in den Wärmebereich des Ofens gegeben. Über ein speziell entwickeltes Schleusensystem wird die Probe ohne Unterbrechung des Gasstromes in den Ofen dosiert.
Im Inertgas-Strom wird das Wasser aus der Probe vollständig freigesetzt und über ein Verbindungsmodul in die Titrationszelle des **AQUA 40.00 Grundmoduls** überführt. Durch die zweistufige Vortrocknung des inerten Transport-gases im integrierten Trockenturm wird eine sehr geringe Hintergrunddrift erreicht.



AQUA 40.00 Grundmodul mit Verbindungsmodul und Hochtemperatur-Ofen HT 1300

Anwendungen

Wasser-Bestimmung in festen, pastösen und flüssigen Proben bei Ausheiztemperaturen bis 1300 °C, z. B.

- Batterie-Elektroden
- Hydroxid-Gehalte von Oxiden
- Metalle und Legierungen
- Pulver-Gemische

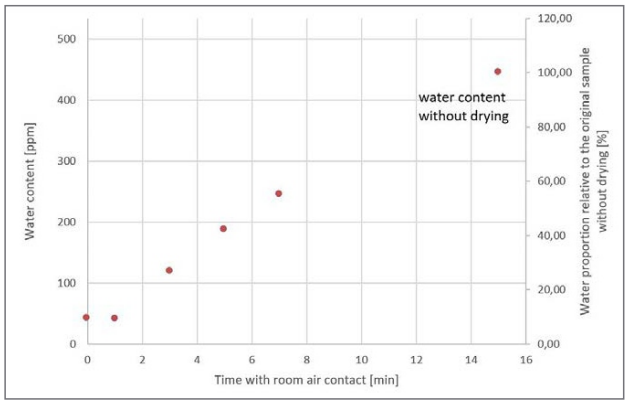
Probendosierung mit Schiffchen aus Keramik oder Quarzglas

Vorteile

- Keine Probenvorbehandlung notwendig
- Kurze Analysenzeiten
- Einfach zu bedienender Handvorschub
- Temperatursteuerung über Software des AQUA 40.00

Features

- Hochtemperatur-Anwendungen im Spurenbereich
- Direkt mit dem AQUA 40.00 Grundmodul koppelbar
- Einheitliche Software mit integrierter Steuerung der Ofentemperatur
- Probenzuführung in Keramik- oder Quarzglas-Schiffchen
- Gasversorgung mit Stickstoff oder Argon
- Ausheizung isotherm oder mit Temperaturprogramm



Messungen des Wasser-Gehalts von pulverförmigem Elektroden-Material ($LiCoO_2$) nach Entnahme aus dem Trocknungsprozess (20 min, 600 °C)

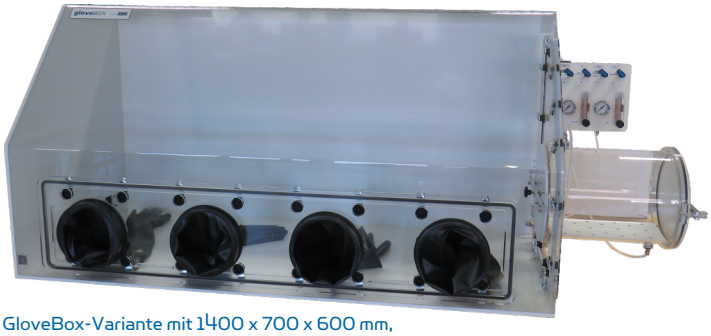
Arbeiten unter kontrollierten Bedingungen

Proben einwiegen und messen in abgeschlossener Atmosphäre

gloveBOX

Beschreibung

Die **GloveBox** ist für einfaches und funktionelles Arbeiten unter definierten Bedingungen konzipiert. Sie bietet die Möglichkeit zur komfortablen Probenpräparation, z. B. ohne Sauerstoff-Einfluss oder unter geringer Luftfeuchtigkeit.
Die **GloveBox** wird nach Kundenwunsch konstruiert und gefertigt.
Die Kammer besteht komplett aus Acrylglas, wodurch eine freie Sicht in den Arbeitsbereich gewährleistet ist. Die Handschuhe (aus Butyl, Neopren, Latex) sind an der Frontseite mittels Flanschen befestigt und können einfach gewechselt werden. Die Anzahl der Handschuh-Öffnungen richtet sich nach der Länge der **GloveBox.** Sie wird so gewählt, dass der gesamte Innenraum gut bedienbar ist.
An der Seite (wahlweise links oder rechts) befindet sich eine große Probenschleuse, die in die Wartungsklappe integriert ist. Die Wartungsklappe enthält zwei Gasanschlüsse für Gaszufuhr und -ablass.
Die Gaszufuhr erfolgt über eine Gasprallplatte zur Vermeidung von Gasturbulenzen für präzise Wägevorgänge. Anschlüsse zur Durchführung von elektrischen Kabeln, z. B. für eine Waage, sind möglich.



GloveBox-Variante mit 1400 x 700 x 600 mm, bietet viel Platz und eine große Wartungsklappe zum einfachen Bestücken der Box mit Geräten

GloveBox-Variante mit 4 Handschuh-Öffnungen und großer Wartungsklappe an der Frontseite, hier bestückt mit Waage und Karl-Fischer-Titrator, integrierte Halterungen für Probenteller an der linken Seitenwand

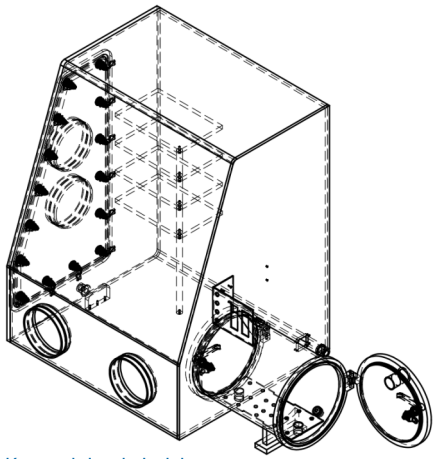
Anwendungen

Probenvorbereitung zur

- Analytik von Batterie-Komponenten
- Zerlegung von Batterie-Mustern
- Abfüllung zur sicheren Lagerung von Proben

Vorteile

- Hauseigene Konstruktionsabteilung für kundenspezifische Ausführung
- Verschiedene Probenschleusen erhältlich
- Anpassung an das Arbeiten mit Waage
- Freie Sicht auf die Arbeitsfläche, da keine Rahmenkonstruktion
- Einfaches Befestigen der Handschuhe und Wechseln bei Bedarf
- Preiswerte, robuste Ausführung aus Acrylglas



Konstruktionsbeispiel:
Extrahohe GloveBox mit Handschuh-Öffnungen vorn und seitlich sowie Ablageböden an der Rückwand

Rest-Alkali in Kathoden-Materialien

Bestimmung der Carbonat- und CO_2-Anteile gemäß ISO 11045-1

titramax VT
ALKALINITY

Beschreibung

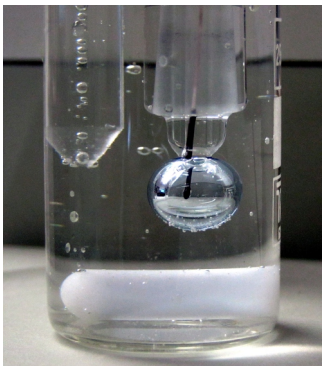
Mit dem **Titramax VT ALKALINITY** kann der Gehalt an Metallcarbonaten und löslichen Basen in Kathoden-Materialien bestimmt werden. Die Hydroxide und Carbonate beeinflussen die Eigenschaften der Batterien und können zum Anschwellen führen. Sie sind wichtige Oberflächenparameter beim Herstellungsprozess.
Die Messung beruht auf der volumetrischen Titration mit Salzsäure (0,01 - 0,1 mol/L). Die Pulverprobe wird mit Wasser unter Luftabschluss extrahiert, dann abfiltriert und die Wasser-Phase wird automatisch mit der Säure titriert.
Die Probenmenge wird in das Menü eingetragen. Der Titrationsprozess wird über spezielle Regelalgorithmen exakt und zuverlässig der Reaktionsgeschwindigkeit angepasst. Die Titration wird automatisch bis zu zwei Endpunkten der Messung ausgeführt. Die Ergebnisse bei pH 8,5 und 4,5 werden ermittelt.
Der Titrator erfüllt zudem die Anforderungen der Normen ASTM D 1121, DIN EN ISO 787-4, DIN ISO 125, ISO 10539.

Titramax VT ALKALINITY

Anwendungen

Der Titrator **Titramax VT ALKALINITY** eignet sich für die Analyse
- des Rest-Alkali-Gehalts von Batteriestoffen,
- der Reinheit der Lithiumsalze,
- von Kesselwasser, Kühlwasser, Trinkwasser

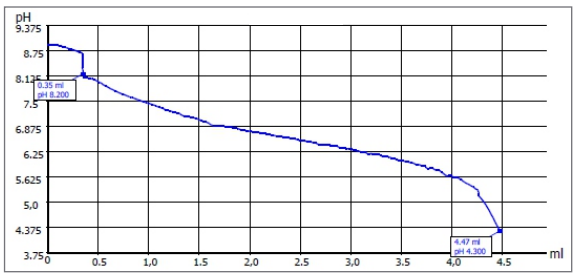
Der Titrator ist auch für andere Titrationen in der Batterie-Produktion einsetzbar,
- pH-Titrationen (z. B. Phosphorsäure, Flusssäure),
- komplexometrische Titrationen (Metall-Ionen wie Nickel, Cobalt, Mangan),
- Redoxtitrationen



Titrierspitze und pH-Elektrode in der Probenlösung

Vorteile

- Kompletter Messplatz für die Alkalinitäts-Bestimmung
- Vollautomatische volumetrische Titration
- Präzise Steuerung der Titrationsparameter durch spezielle Regelalgorithmen
- Sofort betriebsbereit durch vorinstallierte Messprogramme
- Formelgenerator für die individuelle Ergebnis-Ausgabe



Titrationskurve einer Probe

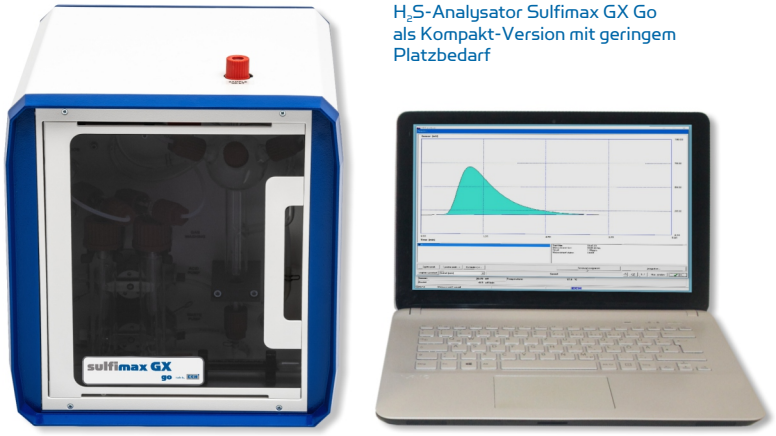
H_2S-Gehalt von Batterie-Elektrolyten

Untersuchung von Störeinflüssen

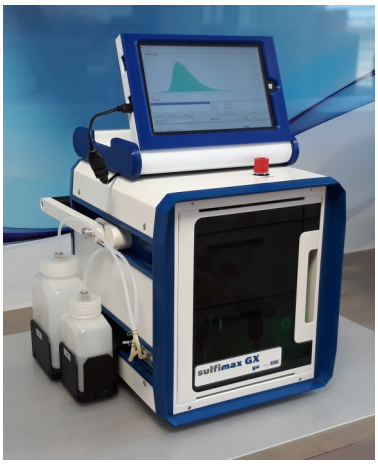
sulfimax GX go

Beschreibung

Der **Sulfimax GX Go** bestimmt Schwefelwasserstoff und leichtflüchtige Sulfide in Flüssigkeiten und Gasen.
Die Probe kann mittels Spritze direkt ohne Vorbehandlung dosiert werden.
Durch eine effektive Gasextraktion wird das H_2S vollständig aus der Probe ausgetrieben.
Störeinflüsse durch die Probenmatrix treten praktisch nicht auf.
Das freigesetzte H_2S-Gas wird zum hochempfindlichen Sensor geleitet, der H_2S im Bereich von 0,01 bis 10.000 ppm detektiert.
Eine typische Messung dauert 5 min, je nach Beschaffenheit der Probe.
Wird der **Sulfimax GX Go** mit dem optional erhältlichen H_2S-Headspace-Modul erweitert, können auch feste und pastöse Proben gemessen werden.



H_2S-Analysator Sulfimax GX Go als Kompakt-Version mit geringem Platzbedarf



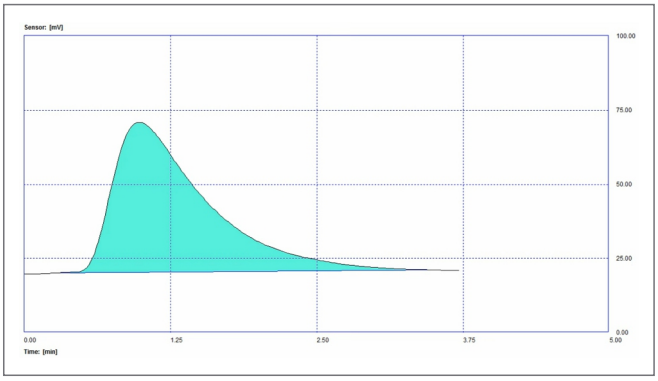
Sulfimax GX Go als Version mit integrierter Steuereinheit und Akku-Betrieb

Vorteile

- Analyse der Originalprobe
- Keine Probenvorbehandlung
- Äußerst geringe Querempfindlichkeiten durch indirekte Methode
- Für Vor-Ort-Einsätze geeignet

Features

- Vollständige Abtrennung von H_2S aus der Probe durch effektive Gasextraktion
- Typische Messdauer 5 min (je nach Probenbeschaffenheit)
- Automatische Zugabe von Säure oder Puffer
- Automatische Entleerung nach Messende
- Einfache Kalibrierung
- Einfache, übersichtliche Software
- Probendosierung mittels Spritze
- Definition eigener Messmethoden zur Gerätesteuerung



Typische Messkurve - automatische Peak-Auswertung

Schichtdicke von Metalloberflächen

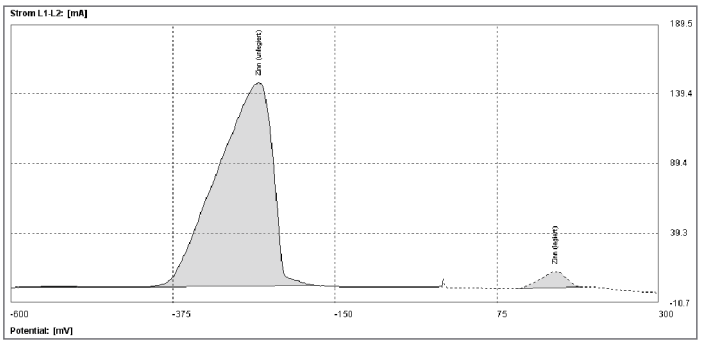
Messung der Dicke von Metallschichten auf Drähten und Bändern

SnLAYER

Beschreibung

Bei der Beschichtung von Metallen genügen oft hauchdünne Schichten, um den gewünschten Effekt zu erreichen. Gleichzeitig sollen homogene dünne Schichten erzielt werden, die die geforderten elektrischen Eigenschaften erfüllen und über viele Jahre stabil sind. Wenige zusätzliche Mikrometer bedeuten dabei einen erhöhten, unnützen Verbrauch an wertvollem Material und damit nicht notwendige Kosten.
Mit dem Analysensystem **SnLAYER** der ECH wird die Schichtdicke auf Metallen mit einer einzigen Messung schnell und hochpräzise bestimmt. Dazu wurde ein neues elektrochemisches Verfahren entwickelt, welches auf der coulometrischen Voltammetrie basiert und sich an den Normen DIN 1787 und DIN 40500, Teil 5 orientiert. Das patentierte Potenzial-Scan-Verfahren ermöglicht die simultane Bestimmung von freiem und legiertem Anteil von Beschichtungen, z. B. Zinn auf Kupfer. Eine typische Messung dauert 8 min (freies und gebundenes Zinn).

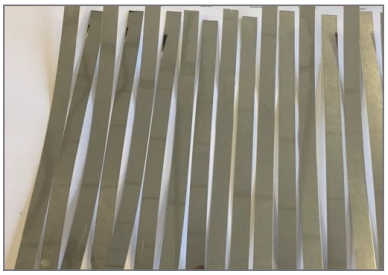
SnLAYER für die Bestimmung der Dicke von Metallschichten



Typischer Messverlauf

Vorteile

- Komplettes Analysensystem zur präzisen Messung der Schicht-Dicke von Metallüberzügen
- Unterscheidung von freiem und gebundenem Zinn
- Einfache Bedienung, intuitive Software
- Umfangreiches Statistikmodul
- Weiter dynamischer Bereich für verschiedene Drahtdurchmesser und Schichtdicken
- Universell für verschiedene Schichtarten einsetzbar



Anwendung: Zinn auf Kupferblechstreifen

Features

- Typische Messdauer: 8 min (freies und gebundenes Zinn), < 2 min (freies Zinn)
- Vordefinierte Methoden für ausgewählte Drahttypen
- Methoden frei definierbar
- Bestimmung der Masse der Beschichtung durch Integration des Stroms (Ladungsmenge)
- Schichtdicke-Bestimmung mit einer einzigen Messung

Anwendungen

- Messung der Zinnschichtdicke auf Kupferdrähten, -blechen, Drahtlitzen
- Bestimmung von legiertem und unlegiertem Zinn
- Analyse von Nickel, Silber, Kupfer und Legierungen auf Kupfer, Stahl, Percon und anderen
- Qualitätskontrolle bei der Herstellung von Leiterplatten, Kabeln und Drähten

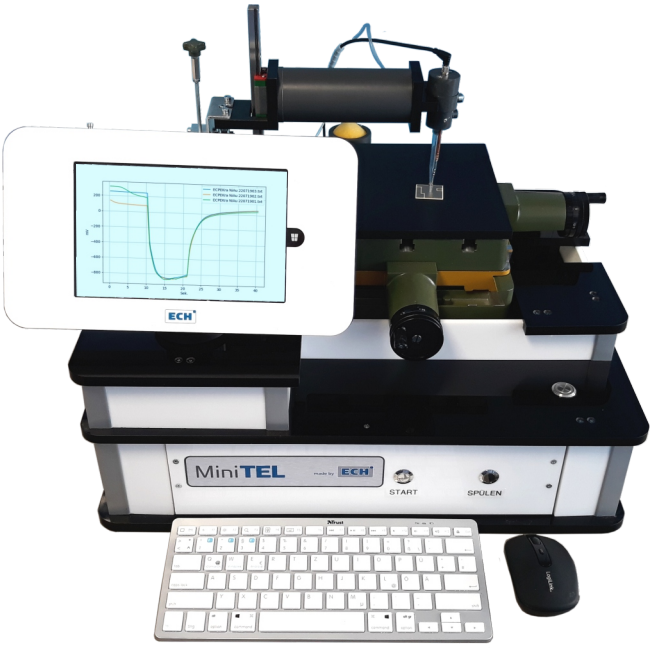
Mikro-Prüfmethode für Elektronik-Baugruppen

Bewertung der Qualität von Oberflächen

MiniTEL

Beschreibung

Ausfallsichere Elektronik-Baugruppen gewinnen zunehmend an Bedeutung. Sie spielen in der neuen, autonomen Mobilität und in der Leistungselektronik, wo hohe Ströme fließen, wie Windkraftanlagen, Solarmodule, Energiespeicher und Batterien, eine entscheidende Rolle. Korrosive Prozesse auf metallischen Oberflächen, die die Funktion der Baugruppen beeinträchtigen, müssen deshalb frühzeitig erkannt werden.
MiniTEL kann zur Charakterisierung von Korrosionseigenschaften von Leiterplattenmetallisierungen, zur Prüfung von Sinterkontaktierungen der Leistungselektronik, zur Eingangskontrolle von Metallisierungen sowie zur Bewertung von Lötbarkeit und Sinterfähigkeit eingesetzt werden.
Mit der Mikro-Prüfmethode **MiniTEL** ist es nun erstmals möglich, einfach, schnell und zuverlässig die Qualität von Oberflächen während des Produktionsprozesses zu bewerten. Fehlerhaftes Material kann erkannt und aussortiert werden.



MiniTEL - Messplatz mit elektrochemischer Mini-Messzelle

Anwendungen

Elektrochemische Prüfung von Mikro- und Makrostrukturen metallischer Oberflächen, z. B.

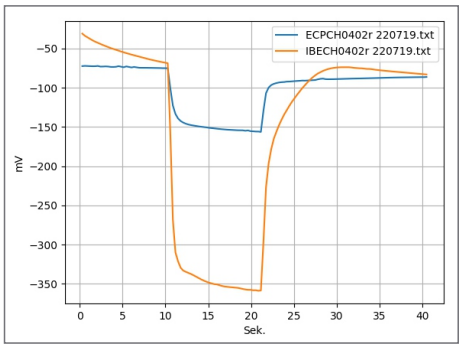
- klassische Leiterplatten-Beschichtungen
- Sinteroberflächen
- Drähte und Litzen

Features

- Für verschiedene Probenformen geeignet (Platten, Drähte)
- Sehr kurze Analysenzeiten: 30 bis 60 s pro Messung
- Geringer Chemikalienverbrauch: 100 µL pro Messung
- Bedienung über integrierten Touchscreen-Computer
- Editierbare Steuersoftware mit Exportfunktion
- Farbige Ergebnis-Anzeige je nach Qualitätsstufe

Vorteile

- Verschiedene Probenformen messbar (Platten, Drähte, Kontakte)
- Einfache Handhabung
- Nach dem Einschalten schnell betriebsbereit
- Sehr kurze Analysenzeiten
- Minimaler Chemikalienverbrauch
- Automatisierung möglich
- Adapter für Kraftfahrzeuge für Vor-Ort-Einsätze
- Messkopf in Fließstrecken implementierbar zur Online-Produktionsüberwachung



Erkennung von Schadstoff-Schichten (Schwefel) auf Lötkontakt

Weltweiter Vertrieb

ECH SCIENTIFIC

ECH Scientific Limited
Building 69, Wrest Park, Silsoe
Bedfordshire, MK45 4HS
United Kingdom
Tel.: +44 (0) 1525 404747
Fax: +44 (0) 1525 404848
E-Mail: info@echscientific.com
Web: www.ech.de

Hersteller

ECH ELEKTROCHEMIE HALLE

ECH Elektrochemie Halle GmbH
Otto-Eißfeldt-Str. 8
D-06120 Halle (Saale)
Germany
Tel.: +49 (0) 345 279570-0
Fax: +49 (0) 345 279570-99
E-Mail: info@ech.de
Web: www.ech.de

230001