

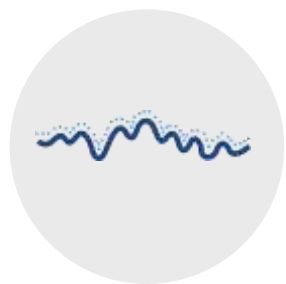
**mi micromeritics®**

**pragolab**

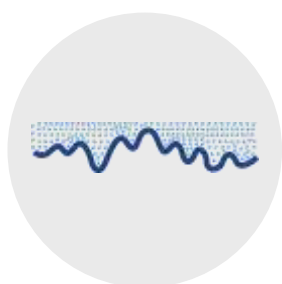
# Micromeritics novinka v portfoliu spoločnosti Pragolab

**Petra Volfová**

# Micromeritics přístroje a jejich využití při analýze materiálů pro výrobu baterií



MĚRNÝ POVRCH



POROZITA



HUSTOTA  
PEVNÝCH LÁTEK



INTERAKCE ČÁSTIC



PRÁŠKOVÁ  
REOLOGIE



VELIKOST ČÁSTIC

# Hustota – jednoduchá QC

Surovina



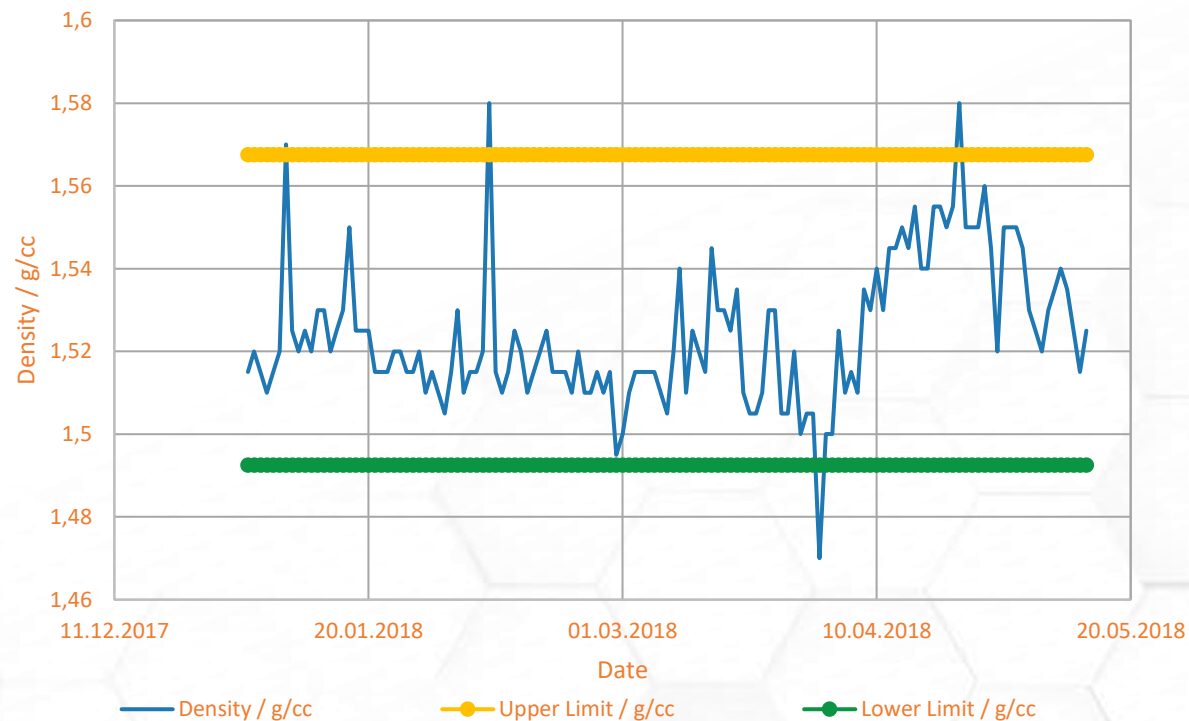
Produkt



AccuPyc 1345



Hustota – plynová pyknometrie  
Základní parametr materiálu = 1.532 g/cc +/- 0.004 g/cc

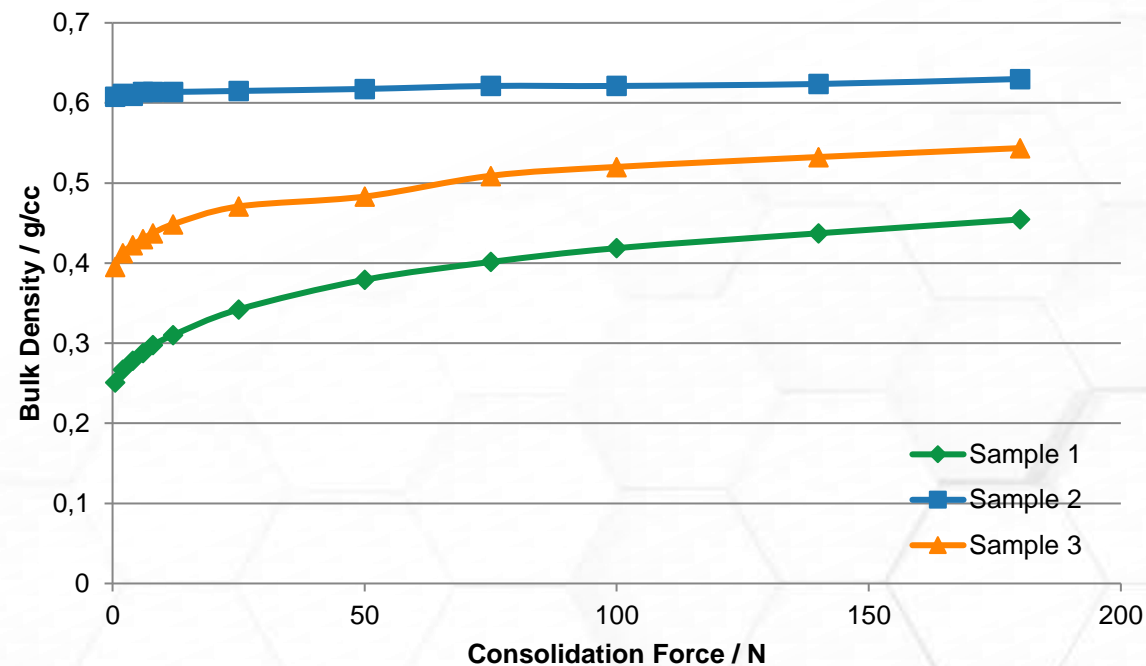


# Charakteristika objemové hustoty pojiva

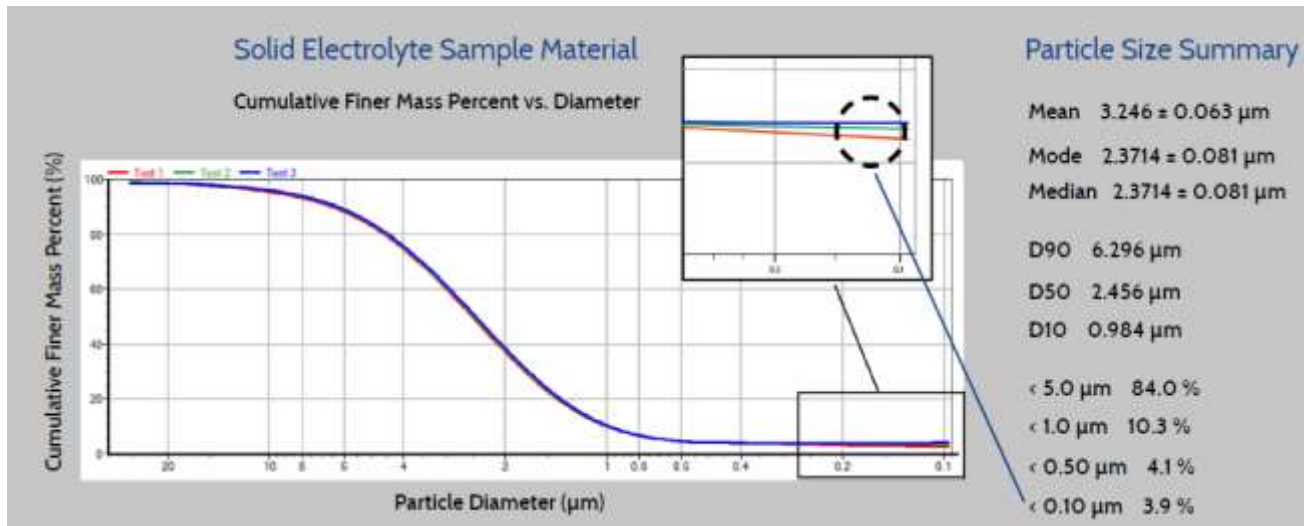


GeoPyc 1365

- Objemová hustota
  - Ukládání
  - Zpracování
  - Výběr stupně
- Vliv dalších vlastností
  - Velikost částic
  - Tvar
  - Porozita



# Velikost částic



## SediGraph III 5125



- Sedimentace využívá fyzikální zákony (Stokesův) a snadno měřitelné vlastnosti, které nevyžadují modelování metodou pokusů a omylů
- Poskytuje úplnou kontrolu hmotnosti vzorku a kvantifikuje jemný obsah mimo rozsah měření
- Používá vyšší koncentraci materiálu než mnoho jiných technik zajišťující reprezentativní vzorek

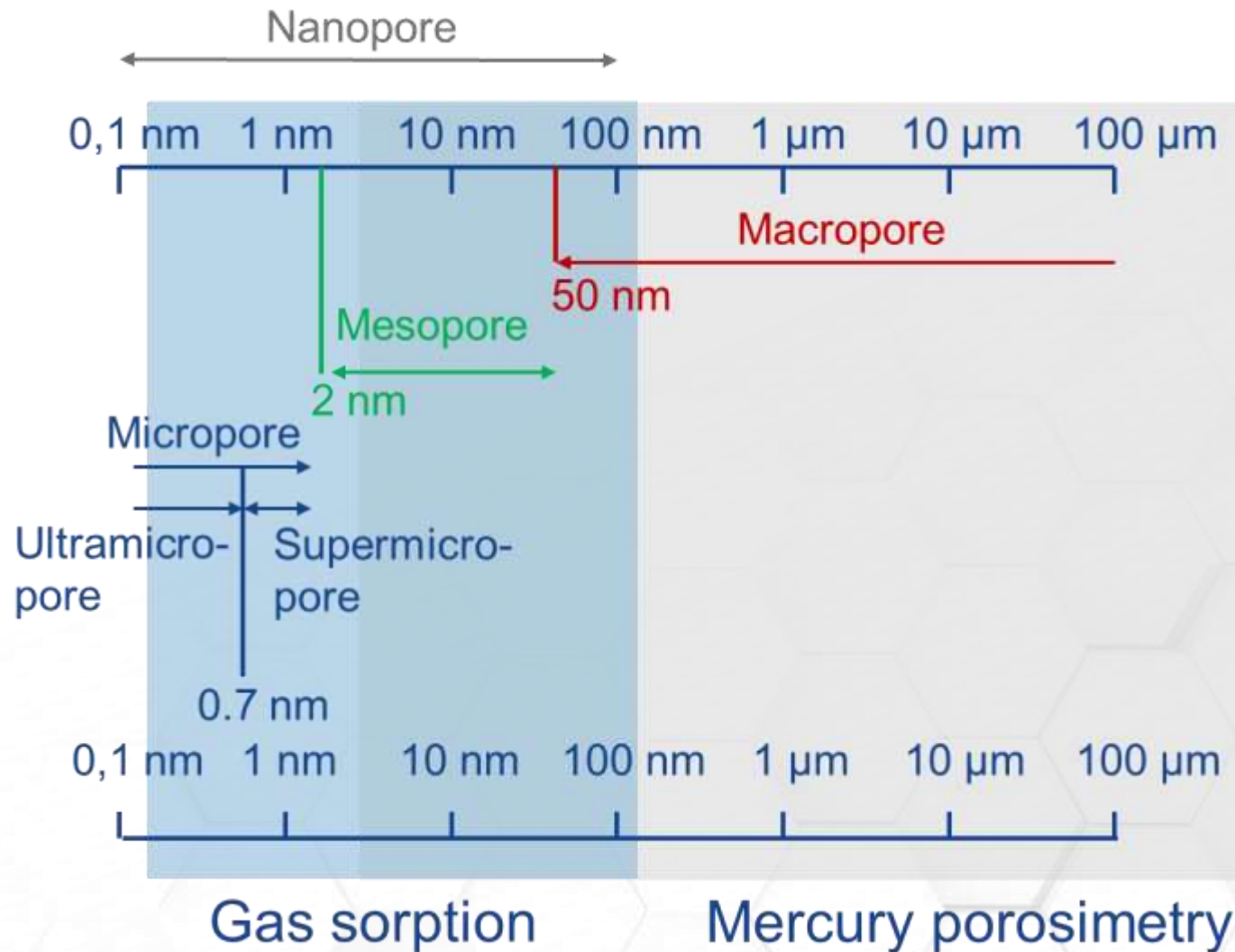
# Rtuťová porozimetrie & Adsorpce plynu

## Adsorpce plynu

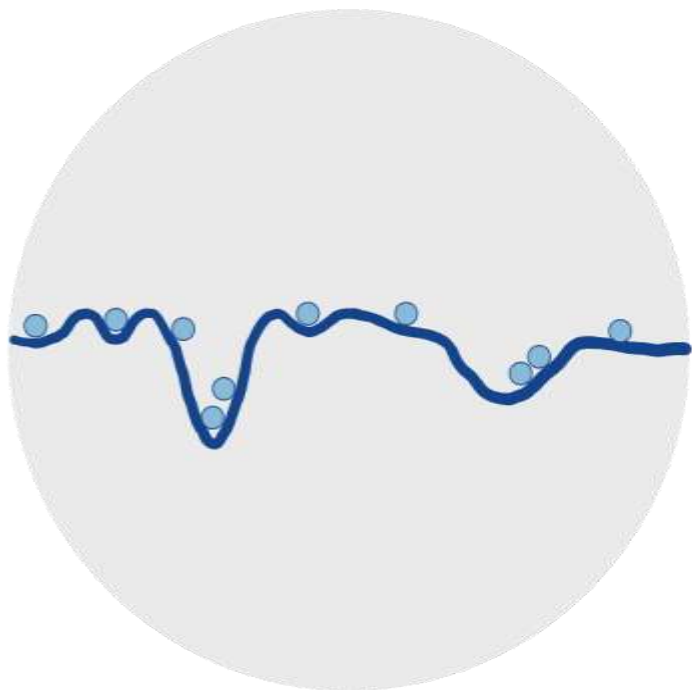
- BET měrný povrch
- Mikropóry
- Mezopóry
- 0.35 nm – 300 nm

## Vtlačování rtuti

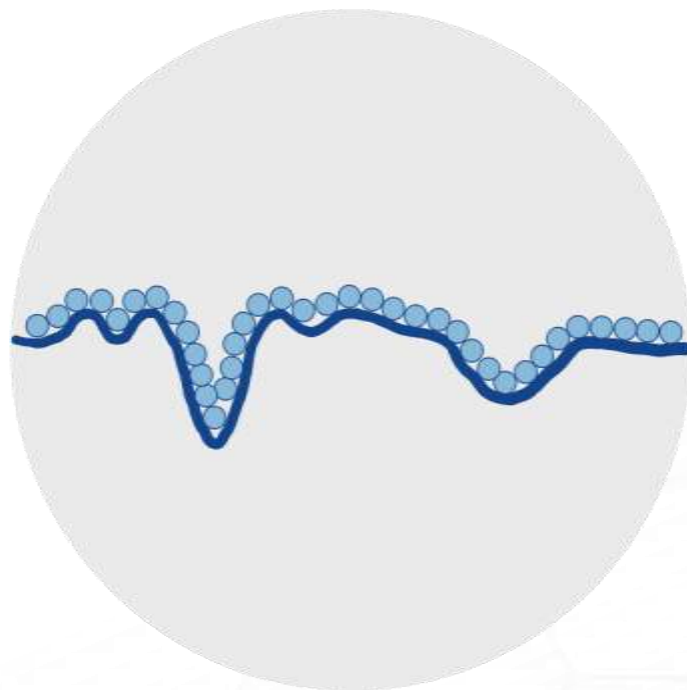
- Mezopóry
- Makropóry
- 3 nm – 400  $\mu\text{m}$



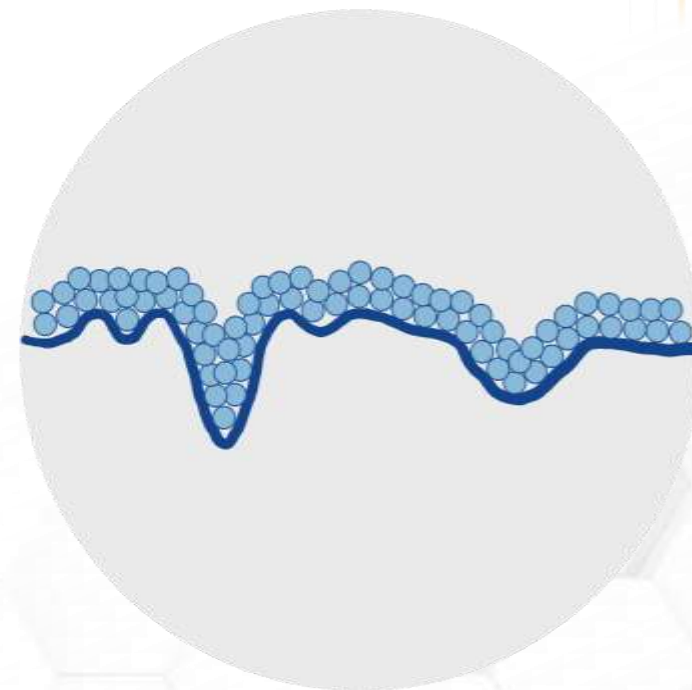
# Adsorpce



Adsorpce na povrchu



Monovrstva plochy povrchu

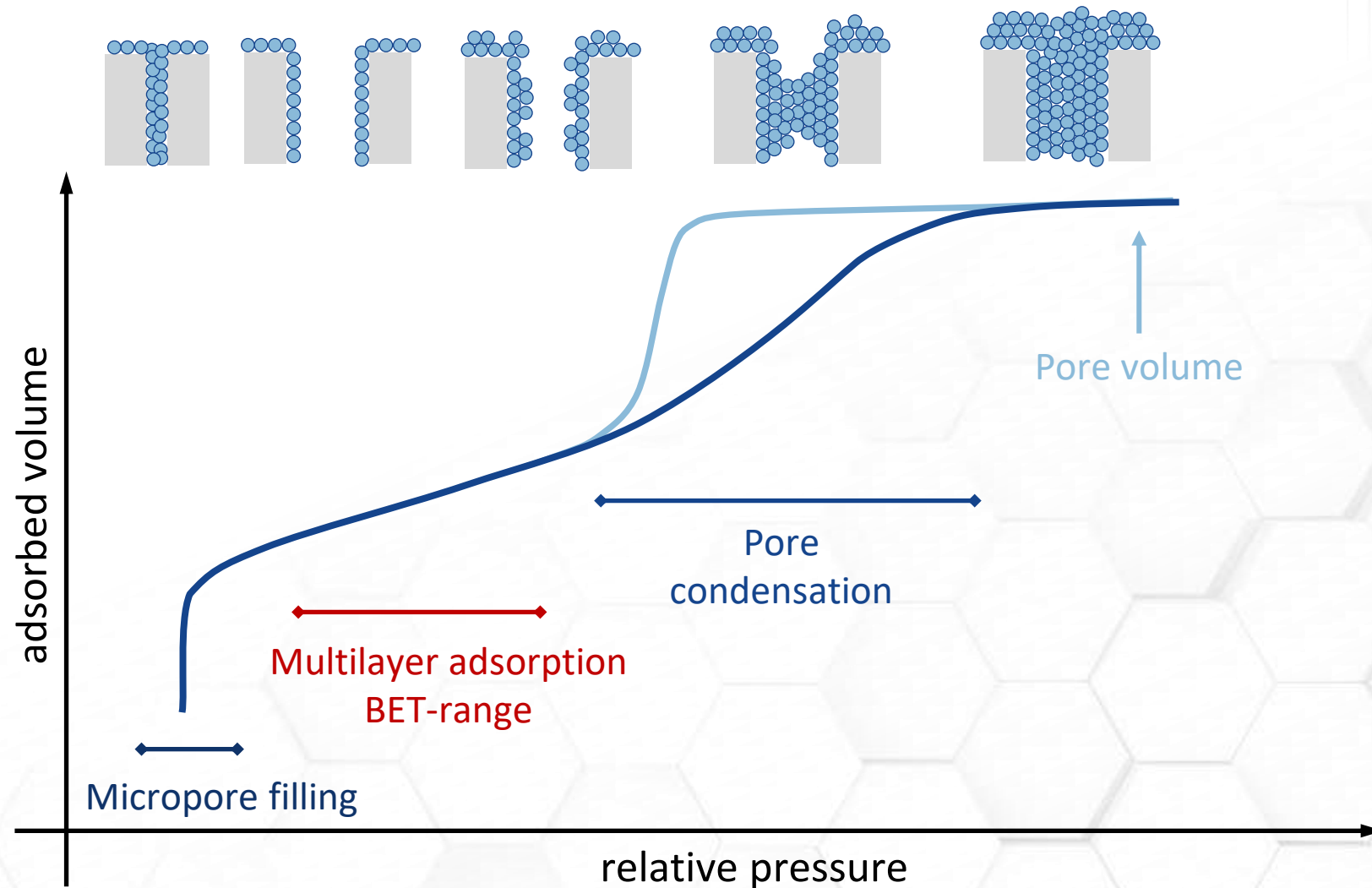


Několikanásobná vrstva

Zvyšující se tlak →

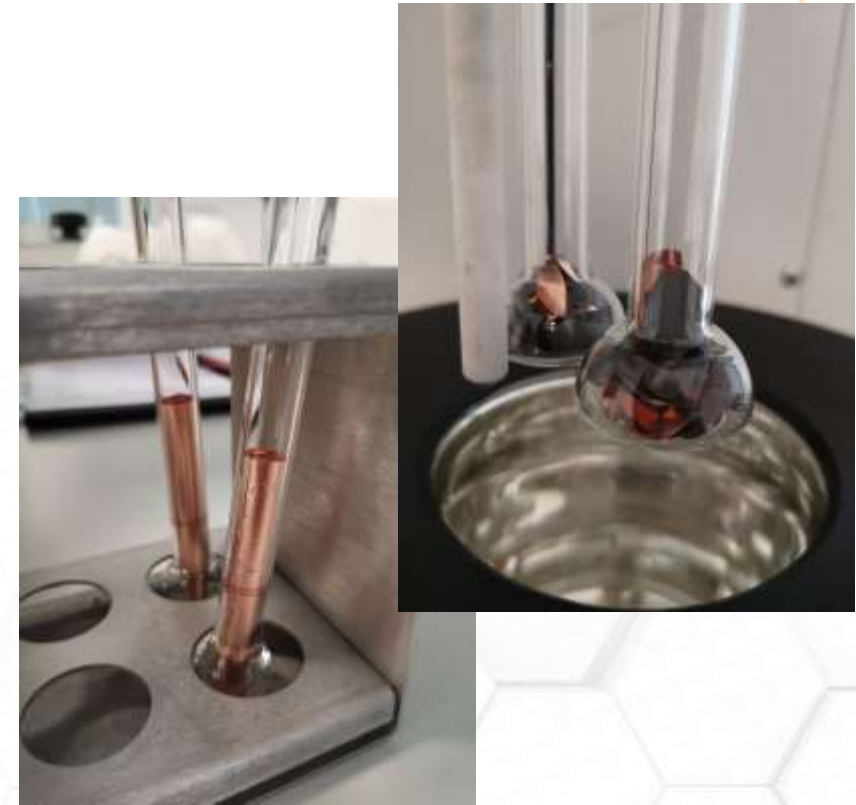
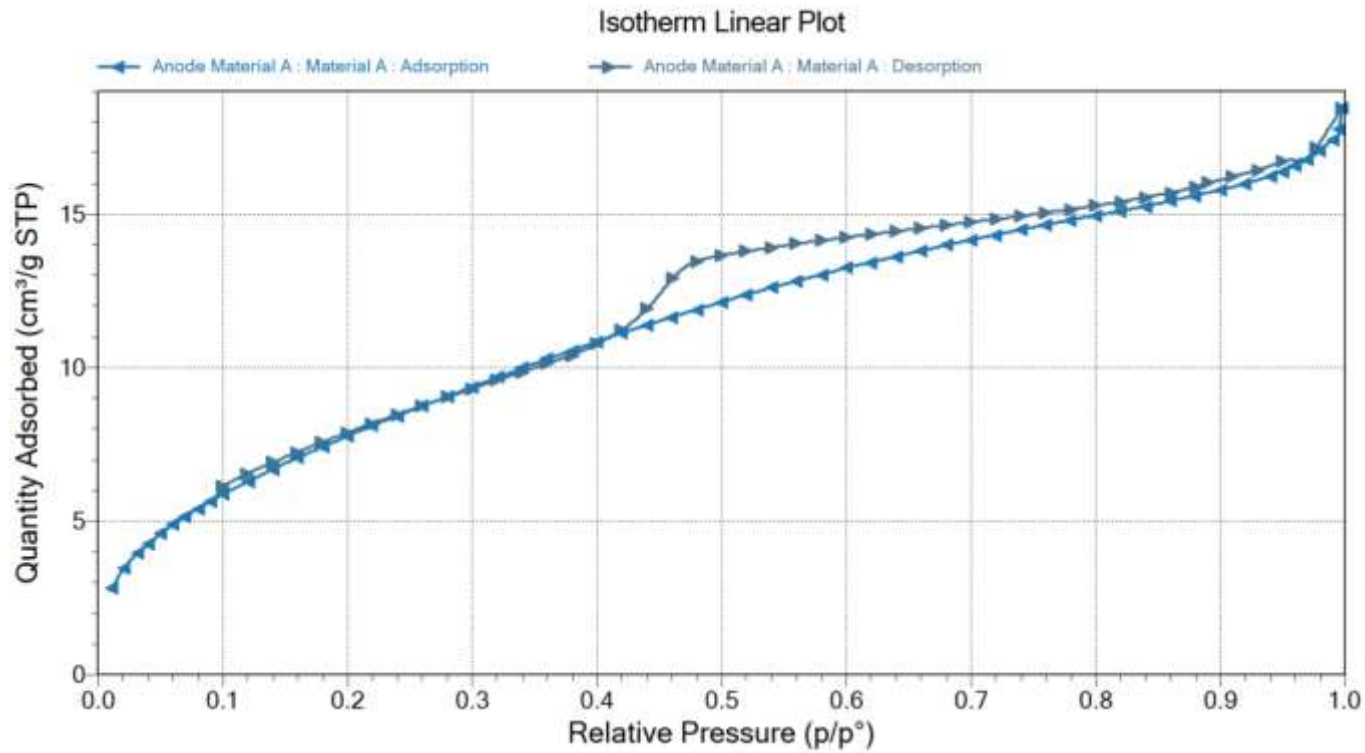
# Fyzisorpce plynu

TriStar 3030

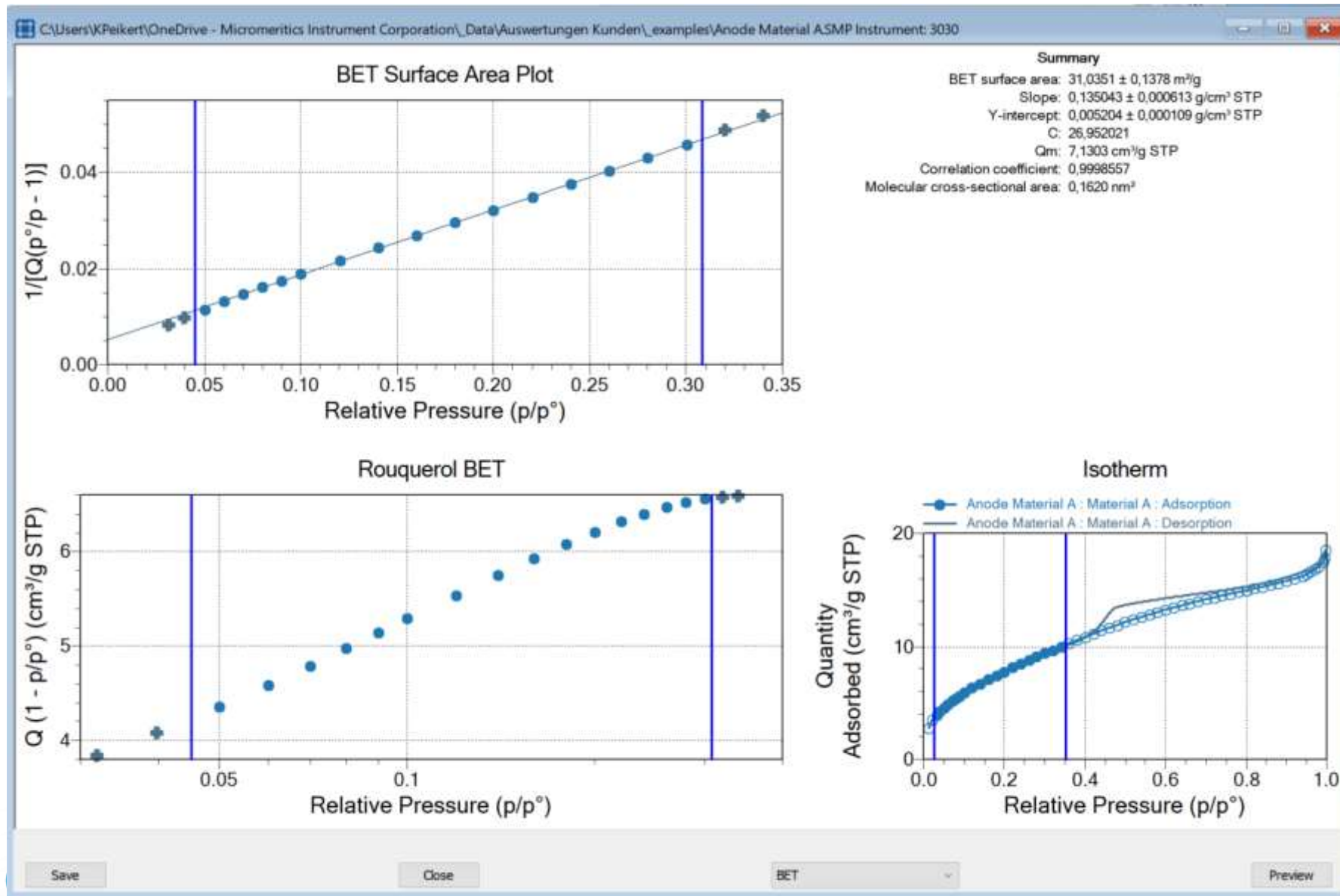




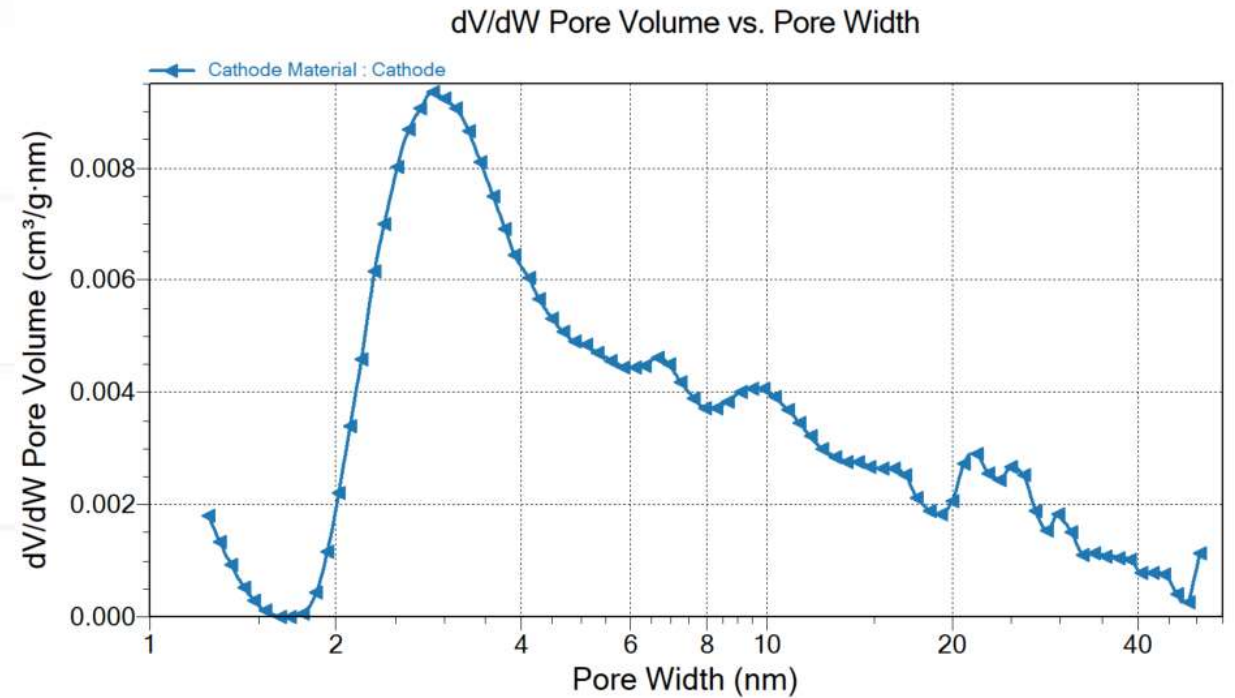
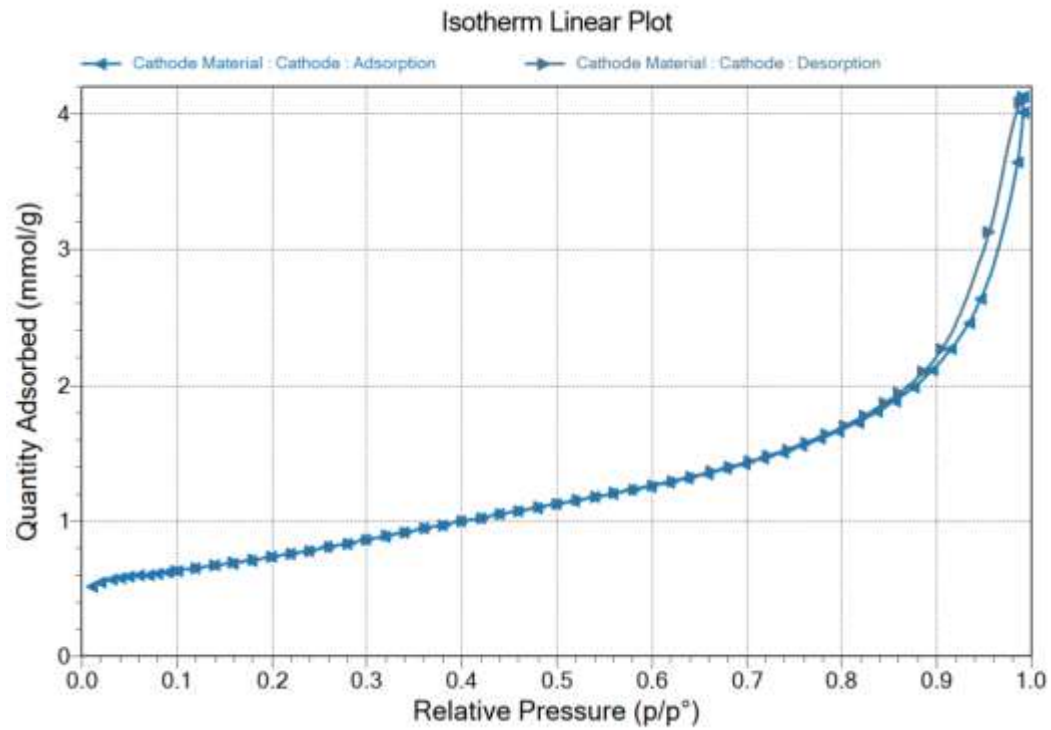
# Material anody baterie



# Výpočet BET



# Materiál katody baterie



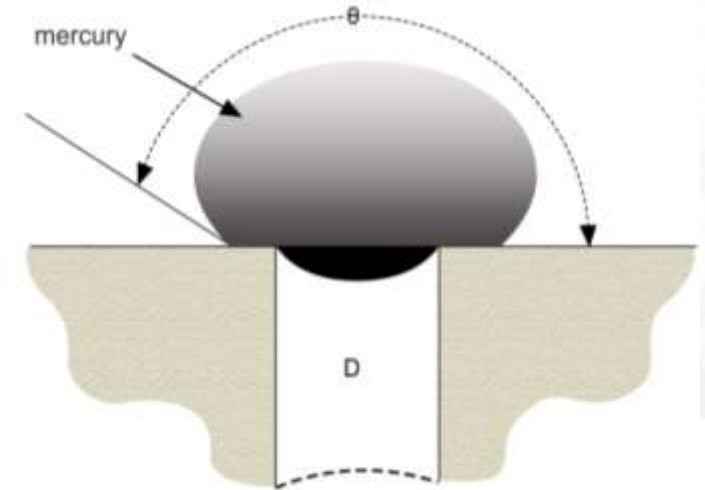
# Rtuťová porozimetrie

## AutoPore V

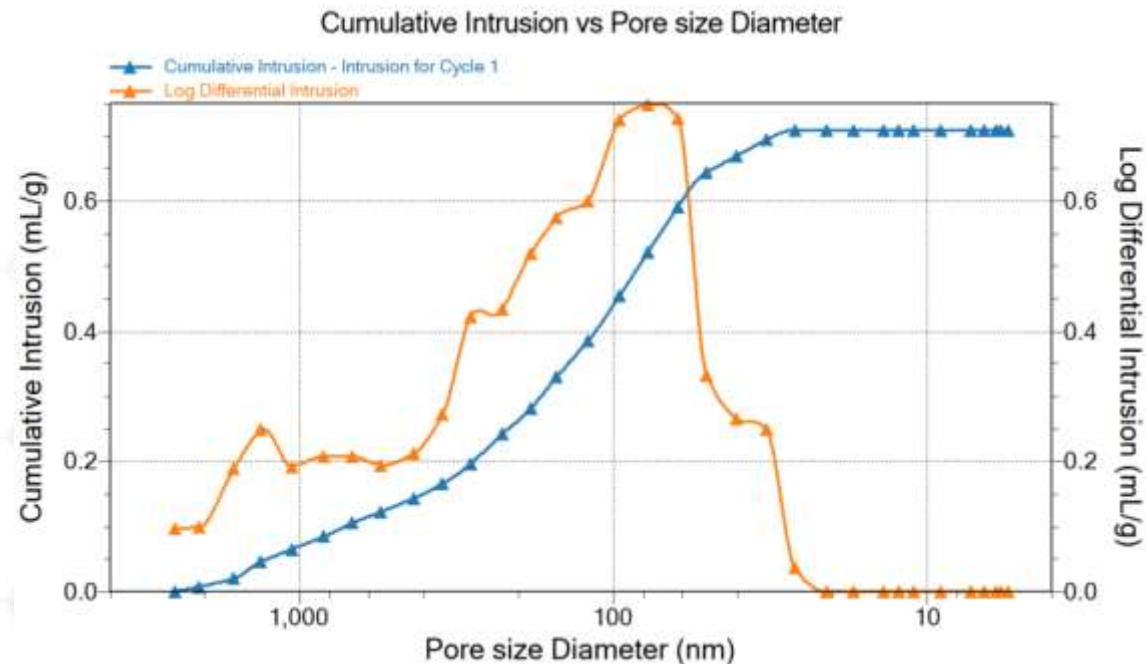
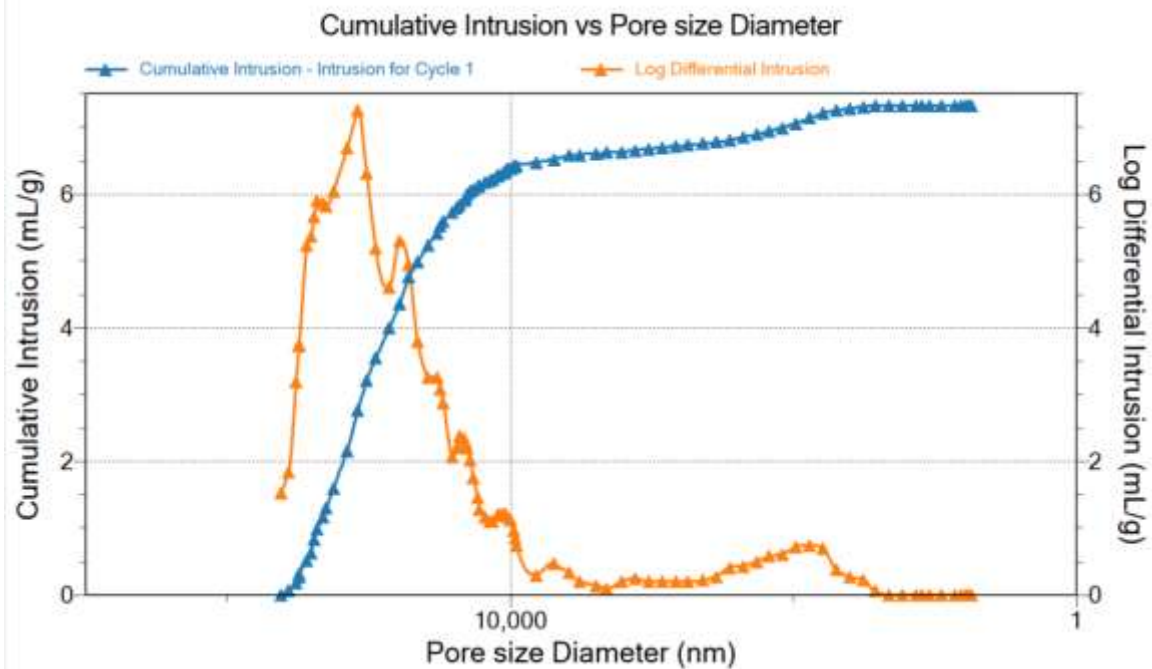


## Měření

- Tlak – velikost pórů
- Kapacita – zaplněný objem
- Studujte a optimalizujte distribuci velikosti pórů separátoru, což je klíčové bezpečnostní hledisko.
- Kontrola kvality koncových elektrod a separátoru.



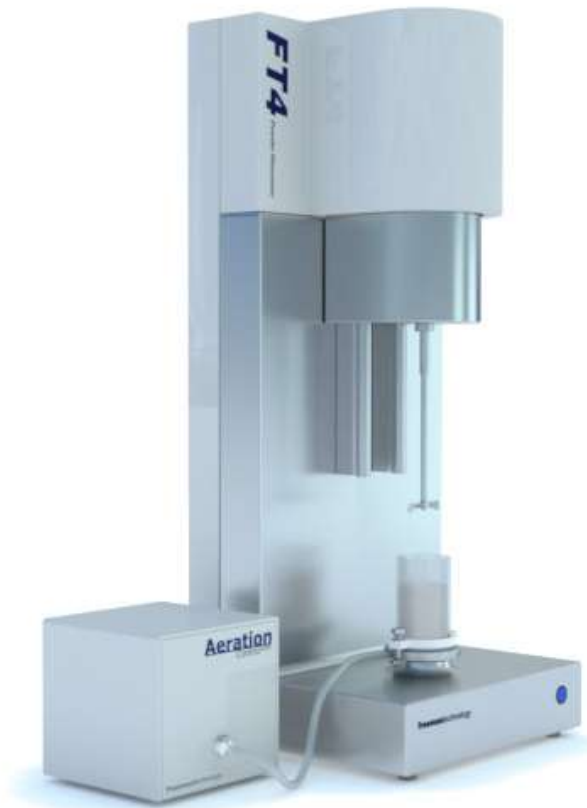
# Porozita separátoru



- Specifický objem pórů:  $0.7 \text{ cm}^3/\text{g}$
- Stř. velikost pórů:  $132 \text{ nm}$
- Porozita:  $40 \%$

# Charakterizace práškového materiálu katody

FT4



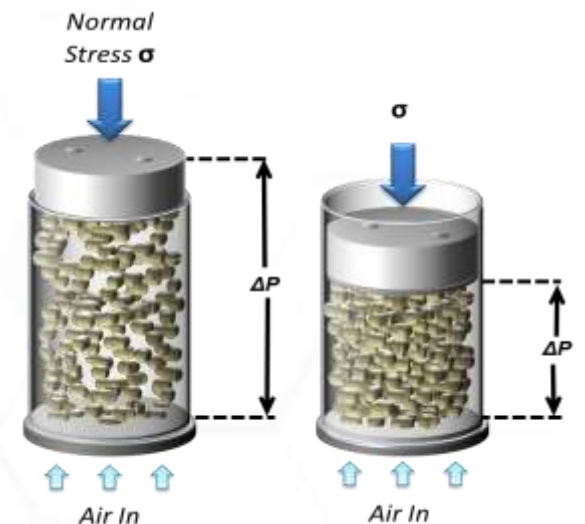
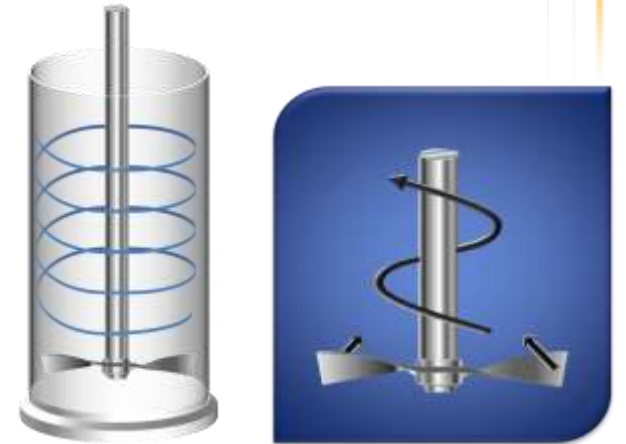
## Prášková reologie

- Běžně materiál na katody se používá  $\text{LiFePO}_4$  (LFP)
- U tří různých dodavatelů bylo zjištěno, že fungují odlišně
- Každá šarže byla analyzována pomocí FT4, aby se určilo, zda lze reologické vlastnosti použít ke specifikaci optimálních surovin.

# Charakterizace práškového materiálu katody

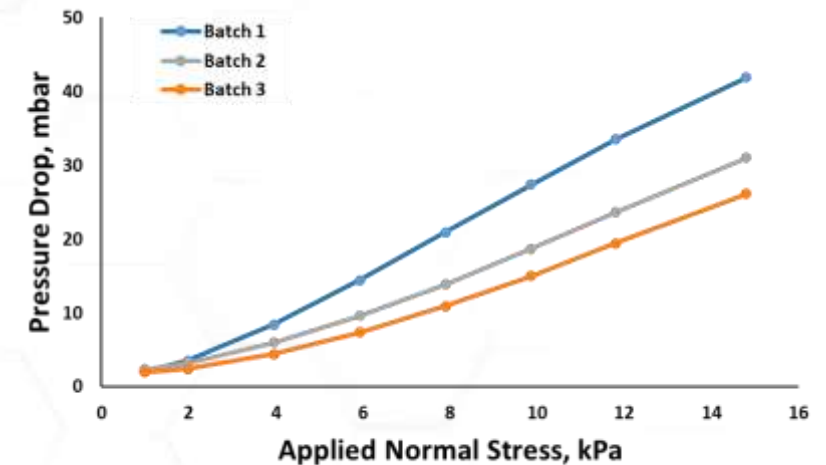
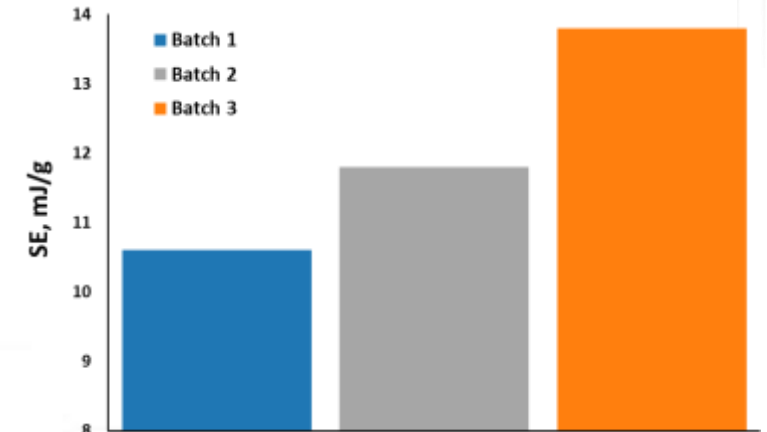
Dvě reologické vlastnosti, které mohou ovlivnit, jak se bude prášek mísit a dispergovat, jsou specifická energie a propustnost:

- Specifická energie (SE) kvantifikuje stupeň mechanického vzájemného spojení a tření mezi částicemi. Nižší hodnoty jsou obvykle spojeny s pravidelnějšími kulovitými částicemi.
- Permeabilita popisuje schopnost prášku uvolňovat nebo zadržovat vzduch.
- Vyšší hodnota tlakové ztráty (PD) znamená sníženou propustnost



# Výsledky

- Dolní SE pro dávku 1 – snížené mechanické blokování a tření mezi částicemi.
- Částice se méně shlukují a mohou se rozptýlit rovnoměrněji.
- Šarže 1 - nejvyšší hodnota PD svědčící o snížené propustnosti.
- Výrobní zkušenosti ukázaly, že šarže 1 produkovala homogennější kaši, což vedlo k výrobě elektrod s vyšším výtěžkem.
- Šarže 1 má vlastnosti typicky spojené s materiály, které mohou téci a efektivně se distribuovat, což posiluje pozorovanou korelaci s výkonností procesu.





Výhody *in situ* charakterizace katalyzátorů za podmínek v reaktoru.

Výhody ICCS přístrojů od PID/Micromeritics

# ***In situ* charakterizace pevných látek**

Výhody???

Charakterizace za reakčních podmínek??

Inovativní techniky

Vliv vysokého tlaku a teploty na redukci aktivních látek???

Výsledky měření

Instrumentace



# Characterizace katalyzátorů nebo jiných pevných látek

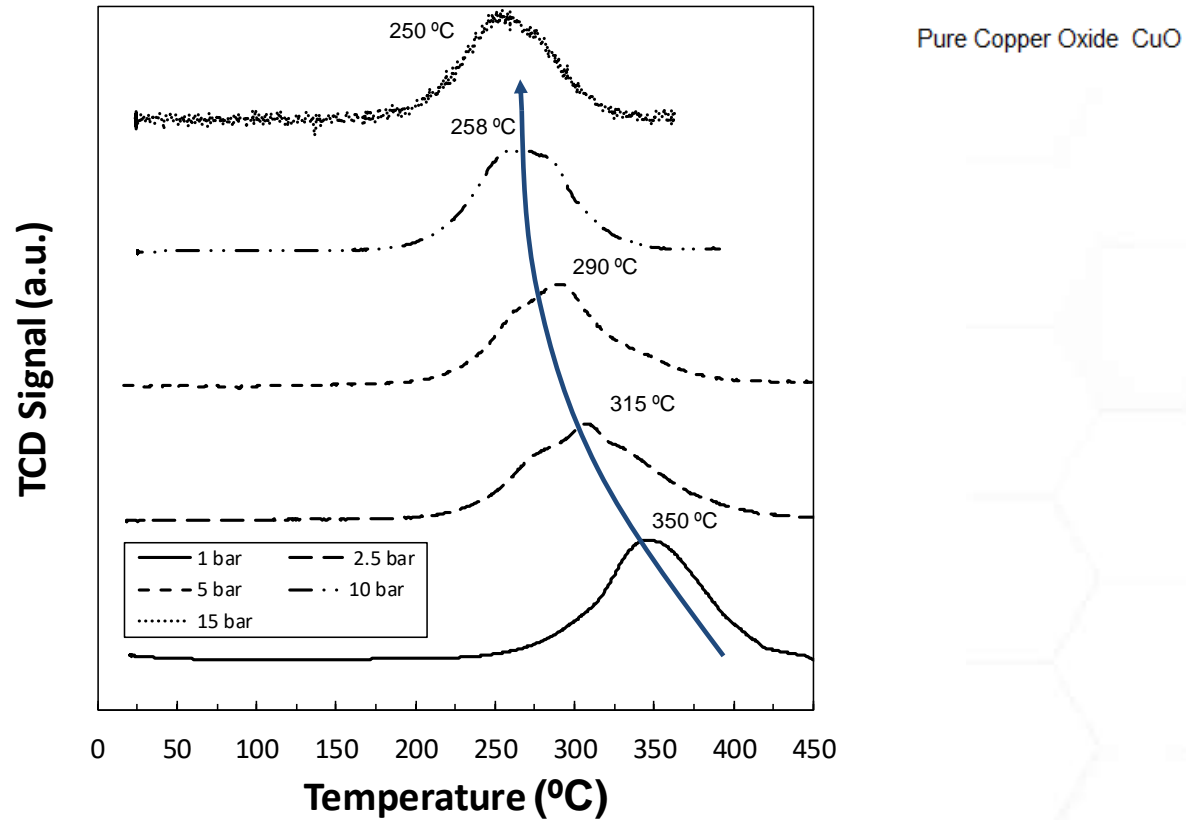
## Fyzikální charakterizace:

měrný povrch, distribuce objemu pórů, celkový objem pórů

## Chemická charakterizace:

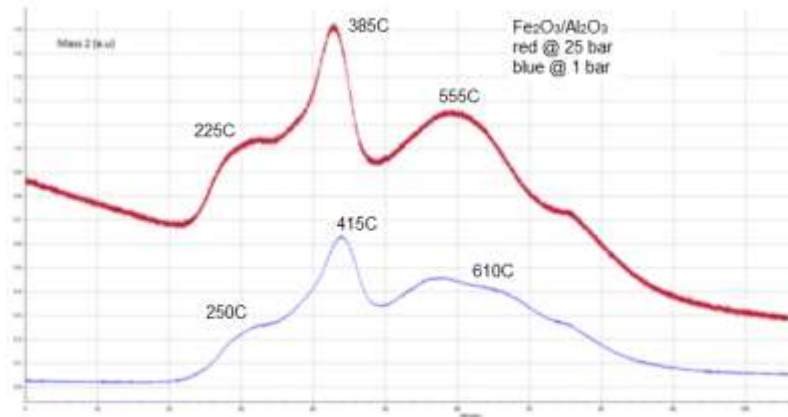
TPR při vyšších tlacích, význam nosičů katalyzátorů, slinování, difúze, atd.....

# Porovnání tvaru křivek TPR při atm. tlaku a 15barech - výhody....

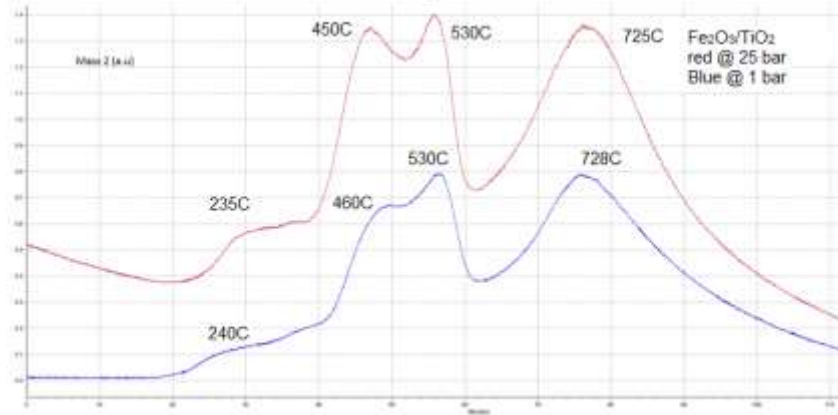


Posun redukční teploty jako funkce rostoucího tlaku

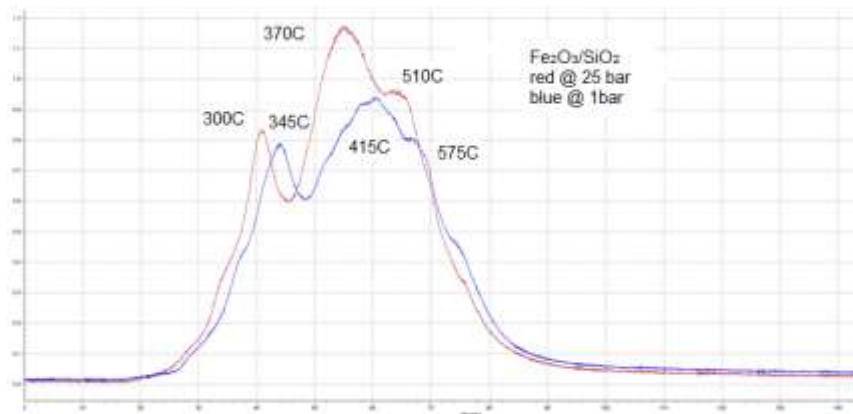
# Vliv nosičů katalyzátorů na stabilizaci aktivních druhů. Katalyzátory Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na různých nosičích



Effect of the high pressure of H<sub>2</sub> over the reduction of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



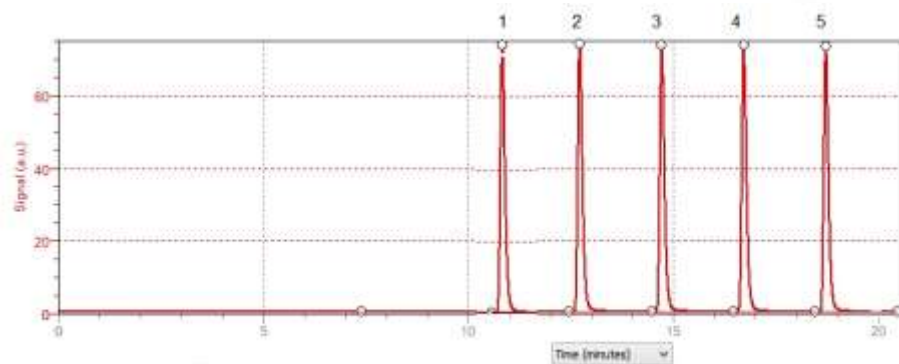
Effect of the high pressure of H<sub>2</sub> over the reduction of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>



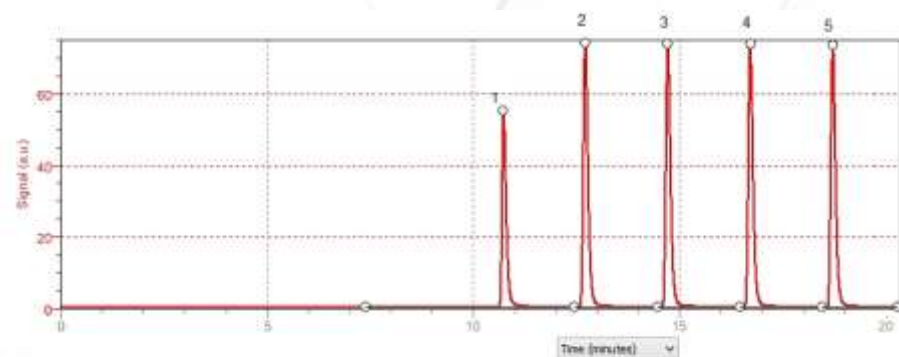
Effect of the high pressure of H<sub>2</sub> over the reduction of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>

# Srovnání výsledků pulzní chemisorpce při atmosférickém tlaku a tlaku 15 bar

Catalyst: 18% by weight o



Pulse chemisorption of CO at 35C and AP, Dispersion 4%



Pulse chemisorption of CO at 35C and 15 bar, Dispersion 18%

# Výsledky

- Vysoký tlak  $H_2$  snižuje redukční teplotu, a proto minimalizuje slinování na aktivních látkách.
- $TiO_2$  jako nosič představuje vyšší stabilizaci oxidu železa. Malý posun v redukčním profilu, jak se zvyšuje tlak vodíku.
- Pulzní chemisorpce CO při vysokém tlaku a při vysokém obsahu  $Co_3O_4$  ukazuje větší disperzi. To by mohlo být způsobeno difúzí molekuly (CO) do struktury velkých částic  $Co_3O_4$ .

# Přístroje

## *In situ systém charakterizace katalyzátorů (ICCS):*

- Stolní systém
- Univerzální
- Analytický systém (vysoké rozlišení TCD) zlatý filament
- Temperace peltierem i chladící pastí  
Možnost regulace teploty od  $-20^{\circ}\text{C}$  do  $60^{\circ}\text{C}$
- Dva regulátory hmotnostního toku, jeden pro směs  $\text{H}_2/\text{Argon}$  s 1500 sccm a jeden pro aktivní plyn používaný pro pulzní chemisorpci
- Kalibrovaná kolona pro pulzní chemisorpci



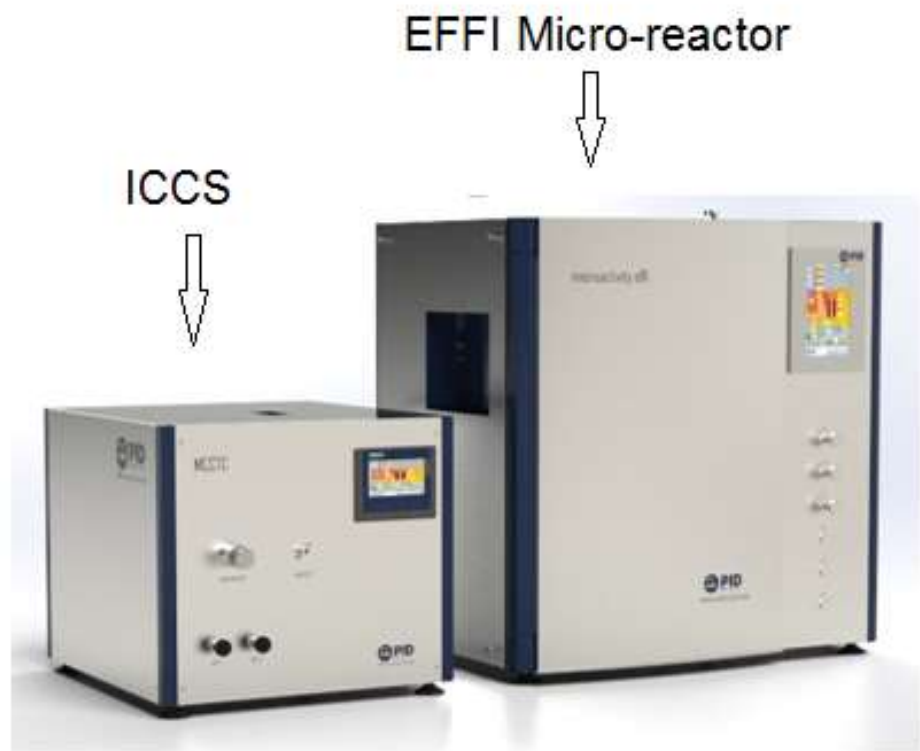
# Výhody přístroje ICCS

- Systém lze připojit k jakémukoli průtočnému zařízení (reaktoru), pokud má systém zákazníka programovatelnou pec pro správné provádění všech analýz TPX.
- Plně automatický výkon
- Vlastní kalibrace pro kvantitativní analýzu
- Sofistikovaný software schopný automaticky detekovat a integrovat píky pro snadné stanovení disperze, aktivního povrchu kovu a velikosti aktivních částic.

## Výhody přístroje ICCS

- Automaticky kvantifikuje množství vodíku spotřebovaného během reakce pro snadné stanovení množství redukovatelných látek.
- Automaticky přiřazena  $T_m$  pro každý píkl na redukčním profilu.
- Automaticky kvantifikuje množství kyslíku spotřebovaného během TPO analýzy. Toto je důležitý parametr pro určení stupně redukce.
- Určuje kyselost katalyzátorů a také sílu kyselých míst při desorpci při různé rychlosti ramp.

# Spojení přístroje ICCS s průtočným reaktorem



The ICCS device connected to the micromeritics EFFI system

# Děkuji za pozornost



volfova@pragolab.cz