

Metrohm Autolab Knopfzellenhalter mit EIS-Messungen an einer handelsüblichen Batterie

Der in **Abbildung 1** dargestellte Knopfzellenhalter von Metrohm Autolab, wurde für die Durchführung elektrochemischer Experimente an Knopfzellenbatterien entwickelt.

Der Knopfzellenhalter kann bis zu zwei Knopfzellen aufnehmen, jede mit einer maximalen Dicke von 3,2 mm und einem maximalen Durchmesser von 24 mm. Typische geeignete Knopfzellengrößen sind CR2016, CR2020, CR2025, CR2032, CR2325 und CR2330. Jeder Anschluss des Knopfzellenhalters ist direkt mit der Batterie verbunden. Daher sind die Leitungen, die das Potential messen, von den stromführenden Leitungen getrennt, was zu einem nur noch minimalen Spannungsabfall aufgrund der Impedanz der Drähte führt.

EINFÜHRUNG

Für die EIS-Messungen wird ein Metrohm Autolab PGSTAT204 verwendet, zusätzlich ausgestattet mit einem FRA32M-Modul (**Abbildung 2**).

Bei der für die Experimente eingesetzten Batterie handelt es sich um einen wiederaufladbaren Lithium-Ionen-Akku, Panasonic VL2330, mit 30 mAh

Nennkapazität und einer Nennspannung von 3 V. Die potentiostatischen EIS-Messungen werden am Open Circuit Potential (OCP, Leerlaufspannung), zwischen 10 kHz und 100 mHz, mit einer 10 mV-Amplitude und einer Rate von 10 Frequenzen pro Dekade durchgeführt.



Abbildung 1. Der Metrohm Autolab Knopfzellenhalter

EXPERIMENTELLER AUFBAU

Für die EIS-Messungen wird ein Metrohm Autolab PGSTAT204, ausgestattet mit einem FRA32M-Modul, verwendet (**Abbildung 2**).

Die für die Experimente verwendete Batterie ist ein wiederaufladbarer Lithium-Ionen-Akku, Panasonic VL2330, mit 30 mAh Nennkapazität und einer Nennspannung von 3 V.

Potentiostatische EIS-Messungen werden bei Leerlaufpotential (OCP), zwischen 10 kHz und 100 mHz, 10 mV Amplitude, mit einer Rate von 10 Frequenzen pro Dekade durchgeführt.



Abbildung 2. Das Metrohm Autolab PGSTAT204, ausgestattet mit dem FRA32M-Modul.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

In **Abbildung 3** wird der Nyquist-Plot der mit der Vier-Elektroden-Konfiguration (rote Punkte) durchgeführten Messung mit den Ergebnissen der Zwei-Elektroden-Konfiguration (blaue und grüne Punkte) verglichen.

Bei der Zwei-Elektroden-Konfiguration wurden für die EIS-Messung jeweils die WE- und S-Anschlüsse sowie

die CE- und RE-Anschlüsse miteinander verbunden, so dass die RE- und S-Anschlüsse näher an der Batterie liegen (blaue Punkte). Eine weitere Messung wurde mit umgekehrten Anschlüssen durchgeführt, d. h. Anschlüsse S und WE, sowie Anschlüsse RE und CE wurden miteinander verbunden, so dass WE und CE näher an der Batterie liegen (grüne Punkte).

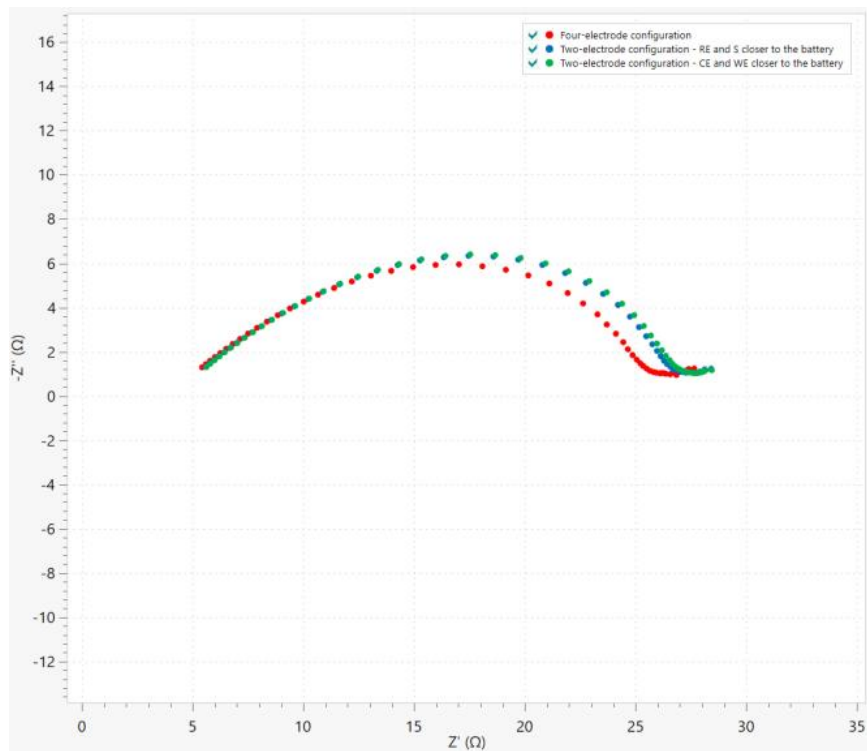


Abbildung 3. Nyquist-Plots mit EIS-Messungen, an der Li-Ionen-Batterie durchgeführt, mit der Vier-Elektroden-Konfiguration (rote Punkte) und der Zwei-Elektroden-Konfiguration (blaue und grüne Punkte)

Während es keinen nennenswerten Unterschied zwischen den beiden Zwei-Elektroden-Konfigurationen gibt, ist der Nyquist-Plot, für die Vier-Elektroden-Konfiguration, verglichen mit den Nyquist-Plots der Zwei-Elektroden-Konfigurationen,

zu niedrigeren Impedanzwerten verschoben. In **Abbildung 4** zeigt die Vergrößerung von **Abbildung 3** bei hohen Frequenzen einen Impedanzunterschied von etwa 170 mΩ.

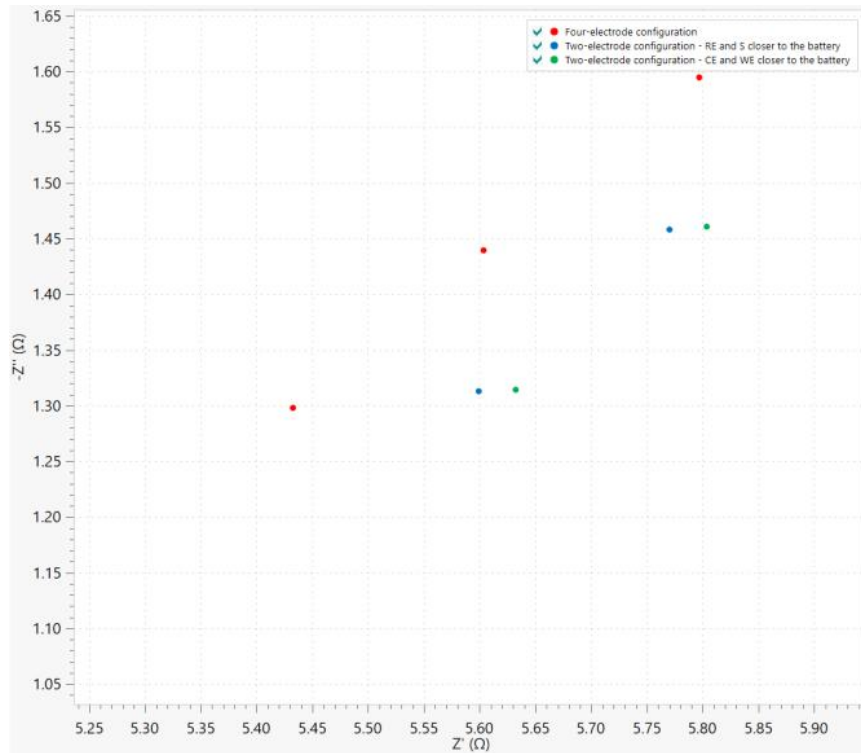


Abbildung 4. Vergrößerung von Abbildung 3 bei hohen Frequenzen.

Bei niedrigen Frequenzen ist der Unterschied deutlicher, wie in **Abbildung 5** zu sehen ist. Der Impedanzunterschied beträgt zwischen der

Konfiguration mit vier Anschlüssen und zwei Anschlüssen am Ende des Halbkreises ungefähr 2Ω .

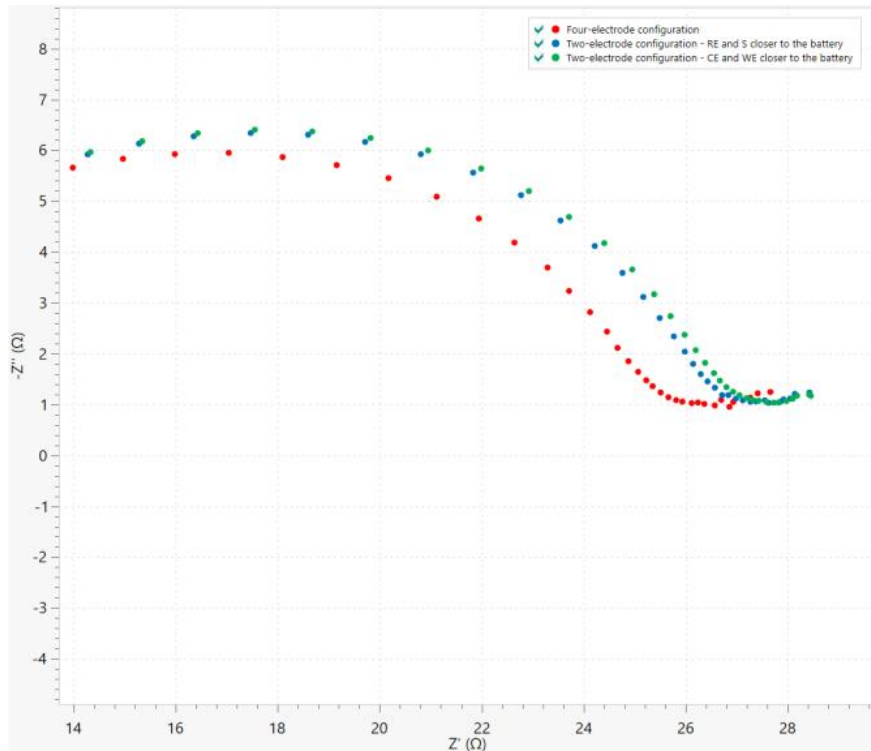


Abbildung 5. Vergrößerung von Abbildung 3 bei niedrigen Frequenzen.

Schließlich ist anzumerken, dass die Verwendung der Vier-Elektroden- Konfiguration nur dann wichtig ist, wenn Geräte mit niedriger Impedanz, wie bspw.

Batterien untersucht werden, da der Beitrag der Drähte zur Gesamtimpedanz gering ist.

FAZIT

Der Knopfzellenhalter wird eingeführt. Es wurden EIS-Messungen an einer handelsüblichen Knopfzellenbatterie durchgeführt. Die Unterschiede in der Impedanz zwischen der Vier-Elektroden-Konfiguration und der Zwei-Elektroden-

Konfigurationen werden hervorgehoben, was die Bedeutung einer Vier-Elektroden- Konfiguration belegt, wenn DUTs mit niedriger Impedanz untersucht werden.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



Autolab PGSTAT204

Der Autolab PGSTAT204 vereint eine kleine Standfläche mit modularer Bauweise. Das Gerät enthält einen Potentiostaten/Galvanostaten mit einer Ausgangsspannung von 20 V und einem Maximalstrom von 400 mA oder 10 A in Kombination mit dem BOOSTER10A. Der Potentiostat kann jederzeit um ein zusätzliches Modul erweitert werden, z. B. dem FRA32M, einem Modul für die elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS).

Der PGSTAT204 ist ein kostengünstiges Gerät, das überall im Labor aufgestellt werden kann. Analoge und digitale Ein- und Ausgänge zum Steuern von Autolab-Zubehör und Peripheriegeräten sind verfügbar. Der PGSTAT204 enthält einen eingebauten Analogintegrator. In Kombination mit der leistungsfähigen Software NOVA kann er für die meisten Standardmessverfahren in der Elektrochemie eingesetzt werden.



Autolab PGSTAT302N

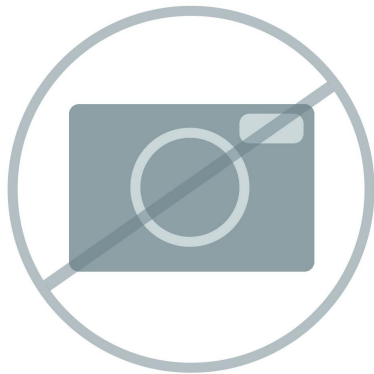
Dieser Hochleistungspotentiostat/Galvanostat mit einer Klemmspannung von 30 V und einer Bandbreite von 1 MHz ist in Verbindung mit unserem FRA32M-Modul speziell für die elektrochemische Impedanzspektroskopie geeignet.

Der PGSTAT302N ist der Nachfolger des beliebten PGSTAT30. Die maximale Stromstärke liegt bei 2 A. Mit dem BOOSTER20A kann der Stromstärkebereich auf 20 A erweitert werden. Die Stromauflösung beträgt 30 fA in einem Stromstärkebereich von 10 nA.



Autolab DuoCoin Zellenhalter

Der Zellenhalter Autolab DuoCoin verfügt über goldbeschichtete Kelvin-Kontakte mit Vierleiteranschluss, damit Sie hochpräzise Messungen zur Batterieforschung vornehmen können. Das vielseitige Zubehör ist für alle Standard-Zellengrößen geeignet und bietet zudem Kapazitäten für kleinere und grössere Nicht-Standardzellen. Ausserdem können zwei Zellen gleichzeitig verarbeitet werden. Die goldbeschichteten Kontakte und die goldbeschichtete Leiterplatte des Zellenhalters Autolab DuoCoin schützen das Zubehör in Ihrem betriebsamen Labor vor Korrosion und Beschädigung. Der Versuchsaufbau mit dem Zellenhalter Autolab DuoCoin wird durch die deutlich gekennzeichneten Elektroden und Kabelanschlüsse erleichtert, die farblich mit den Kabeln des Autolab Potentiostaten/Galvanostaten übereinstimmen. Die Detailgenauigkeit des Autolabs spiegelt sich auch in den Silikon-Saugfüssen auf der Unterseite des Zellenhalters Autolab DuoCoin wider, die selbst bei einem komplexen Versuchsaufbau für Stabilität sorgen.



Moderne Software für die elektrochemische Forschung

NOVA ist das Paket für die Steuerung aller Autolab-Geräte mit USB-Schnittstelle.

Entwickelt von Elektrochemikern für Elektrochemiker auf der Grundlage unserer zwanzigjährigen Erfahrung sowie der neuesten .NET-Software-Technologie, verschafft NOVA Ihrem Autolab-Potentiostat/Galvanostat ein höheres Leistungsvermögen und mehr Flexibilität.

Folgende Merkmale zeichnen die Software aus:

- Leistungsstarker und flexibler Methodeneditor
- Klare Übersicht über relevante Echtzeitdaten
- Leistungsfähige Werkzeuge für Datenanalyse und -darstellung
- Integrierte Steuerung für externe Geräte wie Liquid-Handling-Geräte von Metrohm