



Ricerca di Sistema elettrico

Studio chimico fisico, morfologico ed elettrochimico di elettrodi per batterie al litio ottenuti da stese acquose a base di poliacetati

Pier Paolo Prosini e Mariasole Di Carli

STUDIO CHIMICO FISICO, MORFOLOGICO ED ELETTROCHIMICO DI ELETTRODI PER BATTERIE AL LITIO OTTENUTI
DA STESE ACQUOSE A BASE DI POLIACETATI

Pier Paolo Prosini e Mariasole Di Carli (ENEA)

Settembre 2017

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2016

Area: Trasmissione e distribuzione dell'energia elettrica

Progetto: Sistemi di accumulo di energia per il sistema elettrico

Obiettivo: Ricerca e sviluppo di accumulatori elettrochimici innovativi

Responsabile del Progetto: Pier Paolo Prosini, ENEA

Indice

SOMMARIO.....	4
1 INTRODUZIONE.....	5
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI.....	6
2.1 PREPARAZIONE DELLO SLURRY	6
2.2 DESCRIZIONE DEI MATERIALI UTILIZZATI NELLA STESA	6
2.3 DEPOSIZIONE DELLE STESE	9
2.4 CARATTERIZZAZIONE MORFOLOGICA.....	9
2.5 CARATTERIZZAZIONE ELETTROCHIMICA.....	13
3 RISULTATI	14
4 CONCLUSIONI	31
5 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	32
6 ALLEGATI	32

Sommario

In questo rapporto si illustrano i risultati della preparazione e caratterizzazione elettrochimica di stese elettrodiche preparate utilizzando il poli[etil-vinil-acetato] come legante idrodispersibile. Come materiale attivo è stato utilizzato il litio ferro fosfato. Per aumentare la conducibilità dell'elettrodo è stato utilizzato del carbon black tipo Timcal Ensaco. Per ottenere una distribuzione uniforme e priva di difetti del rivestimento catodico sono stati utilizzati una serie di additivi. Le stese elettrodiche sono state deposte su un foglio di alluminio dello spessore di 10 micron utilizzando la tecnica del doctor blade. Sono stati utilizzati quattro differenti spessori della lama, pari a 350, 400, 500 e 750 micron. Le stese sono state asciugate a temperatura ambiente. Gli elettrodi sono stati quindi caratterizzati da un punto di vista morfologico ed elettrochimico. Prima della caratterizzazione elettrochimica, le stese sono state scaldate in forno termoregolato a 80°C sotto vuoto per 48 h. Durante questo processo si è perso del materiale in quanto la parete del forno si è coperta di un velo di condensa. Non si è riusciti a quantificare la perdita di peso in quanto non si era provveduto a pesare le singole stese prima del trattamento termico. Il contenuto di materiale solido nominale delle stese umide è del 44.5%. Su questa base si può stimare che la percentuale di LFP nell'elettrodo secco di circa il 57%. Se supponiamo che alcune delle sostanze utilizzate nella preparazione delle stese sia evaporata durante il trattamento sotto vuoto ad 80°C potremmo supporre un contenuto di materiale attivo pari al 60%. Nel corso del rapporto è stato usato questo valore come percentuale di materiale attivo. I materiali sono stati caratterizzati tramite ciclazioni galvanostatiche effettuate ad una velocità di carica e scarica pari a C/10 (cariche e scariche condotte a correnti tali da determinare la piena capacità in circa 10 ore). Tutti i materiali hanno mostrato problemi in carica a causa di una reazione parassita indesiderata, probabilmente causata da uno degli additivi utilizzati per migliorare la stesa. Essendo gli additivi sostanze polari, gli elettrodi sono stati lavati con acqua e con dimetilcarbonato (il solvente utilizzato per preparare la soluzione elettrolitica, e testati nuovamente. Si è constatato un miglioramento delle prestazioni, più marcato per l'elettrodo lavato in acqua. Per determinare quale tra gli additivi utilizzati è responsabile della reazione parassita elettrodi costituiti solo da EVA e Carbone sono stati analizzati mediante voltammetria a scansione lineare. Questa metodica permette di misurare l'intensità di corrente all'interno di una cella elettrochimica al variare della finestra di potenziale. Se gli additivi aggiunti in soluzione insieme all'elettrolita, sono specie elettro-chimicamente attive, quindi in grado di ossidarsi o ridursi, partecipano attivamente alle reazioni all'interno della cella permettendo il passaggio di corrente elettrica. Dal variare della corrente elettrica, è stato possibile, determinare quale degli additivi/plasticanti è capace di interferire nel processo elettrochimico e indicare quale tra gli additivi è possibile utilizzare senza incorrere in reazioni parassite indesiderate.

1 Introduzione

La ricerca e sviluppo di accumulatori elettrochimici innovativi prevede due sub-attività. La prima ha carattere prevalentemente di ricerca, finalizzata allo studio di nuovi sistemi elettrochimici a più alta densità di energia e a basso costo. La seconda ha carattere di sviluppo di alcuni dei materiali e dei sistemi elettrochimici precedentemente studiati in modo da validare il loro utilizzo anche in dispositivi di dimensioni superiori. In questa seconda attività l'attenzione è stata rivolta essenzialmente sullo sviluppo di elettrodi basati su processi eco-compatibili realizzati con leganti idrosolubili. La principale difficoltà incontrata in passato era legata al metodo di produzione delle stese. Inizialmente le stese venivano realizzate miscelando il materiale attivo (LiFePO_4) al carbone (Timcal Ensaco) in modo da mescolarli intimamente. A parte si diluiva il polimero vinilico (poli [vinil-etil-acetato], EVA) in una quantità di acqua pari al doppio del peso del materiale catodico. Alla soluzione si aggiungeva poco alla volta la miscela di polveri e si amalgamava al mulino in modo da disperdere le polveri nella soluzione acquosa. Si otteneva in tal modo una pasta molto densa. La pasta era depositata su un foglio di alluminio e livellata con una calandra, quindi si lasciava evaporare l'acqua. Quello che si otteneva era un elettrodo che tendeva a formare delle crepe (vedi figura 1). Infatti, l'indurimento del legante a causa della perdita di idratazione, a seguito della quale l'elettrodo sviluppa progressivamente le caratteristiche meccaniche desiderate, induce anche delle variazioni volumetriche causate dal fatto che il volume dell'elettrodo secco è minore della somma dei volumi del materiale attivo e dell'acqua prima della disidratazione. Una delle conseguenze pratiche più indesiderate di tali variazioni volumetriche è proprio la formazione di crepe. Questo fenomeno è legato al fatto che il materiale elettrodico è molto resistente alla compressione, ma piuttosto debole nei confronti di sforzi di trazione; man mano che la pasta tende a diminuire di volume, le forze che si generano tendono l'elettrodo radialmente con formazione di crepe. È quindi chiaro che è di estrema importanza essere in grado di controllare le variabili che provocano tali variazioni di volume. Per ovviare alla formazione di crepe è necessario utilizzare particolari composizioni della fase legante che permettano di ottenere delle espansioni in grado di compensare almeno in parte i movimenti di ritiro. Ciò viene solitamente ottenuto utilizzando delle miscele che per disidratazione formano una specie chimica che provoca un'espansione della matrice. L'espansione della matrice deve avvenire solitamente entro alcune decine di minuti dalla miscelazione del prodotto con acqua.

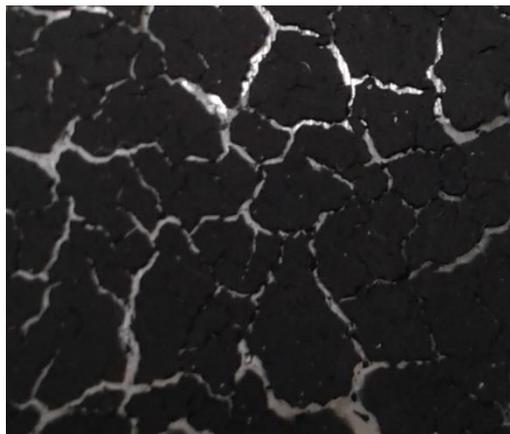


Figura 1. Elettrodo ottenuto per disidratazione lenta di una miscela di materiale attivo carbone, EVA ed acqua.

I fenomeni di contrazione della matrice dell'elettrodo intervengono successivamente, in tempi più lunghi: il miglior risultato si ottiene quando l'espansione iniziale e il ritiro successivo all'incirca si compensano e il movimento totale è di conseguenza piuttosto piccolo. Un aspetto tuttavia spesso ignorato è che la fase del processo di disidratazione è comunque uno stadio critico nel ciclo di vita del prodotto. La formazione

massiva di fase aggregante, infatti, avviene mentre il prodotto sta andando in presa: in questa fase esso quindi subisce delle notevoli variazioni dimensionali e contemporaneamente attraversa una profonda trasformazione delle proprie caratteristiche meccaniche, passando da uno stato fluido a uno stato solido. E' necessario quindi che la composizione chimica dell'elettrodo sia tale che questa fase avvenga in maniera ben controllata: solo in questo modo il prodotto è in grado di garantire un'assoluta sicurezza in fase di deposizione. Il principale problema degli aggreganti è che questi possano influire nelle prestazioni elettrochimiche dell'elettrodo e possono aumentarne il peso diminuendo la densità di energia del sistema. In questo rapporto si studierà l'effetto di varie sostanze addensanti, aggreganti e disperdenti sia sulla formazione del film elettrodico che sulle proprietà elettrochimiche dell'elettrodo.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

2.1 Preparazione dello slurry

Si provvede innanzitutto a mescolare intimamente il materiale attivo (LiFePO_4) con il carbone (Timcal Ensaco). Le due polveri sono pesate e introdotte nel mulino di frantumazione. Si aziona il mulino per circa 30 minuti. A parte si provvede a disperdere il polimero, aggiungendo lentamente la polvere di EVA in acqua e continuando a mescolare fino a quando il polimero è completamente disperso. Di solito questo processo richiede circa 60 minuti. Nel caso la sospensione tenda ad addensare, si può aggiungere un po' di acqua in modo da diminuire la viscosità. Alla dispersione acquosa si aggiunge la miscela di polveri contenente il materiale attivo e l'additivo conduttore. Durante l'aggiunta, la sospensione è mantenuta in continua agitazione. Per migliorare la dispersione delle polveri occorre separare la miscela composta da materiale attivo e additivo conduttore in due o più porzioni, ognuna delle quali viene aggiunta alla sospensione non prima che siano trascorsi 30 minuti dalla precedente aggiunta. Ciò contribuisce a migliorare l'uniformità di miscelazione. Durante il processo di mescolamento si preleva una aliquota del campione per testare la viscosità. La viscosità raccomandata per la sospensione è compreso tra 5000 e 6000 cps. Se la viscosità è superiore a questo intervallo, occorre aggiungere più acqua deionizzata; se la viscosità è inferiore, occorre aggiungere più legante. Al termine dell'aggiunta della miscela di polveri si aggiungono i leganti, gli addensanti e i disperdenti e si continua ad agitare la soluzione per ulteriori 15 minuti.

2.2 Descrizione dei materiali utilizzati nella stesa

Per la preparazione dello slurry sono stati utilizzati una serie di prodotti che sono riportati in Tabella 1 insieme alla corrispondenti quantità. Il contenuto di materiale solido è del 44.5%. Su questa base si può stimare che la percentuale di materiale attivo (LiFePO_4) è di circa il 57%. Se invece supponiamo che la triacetina sia evaporata durante il trattamento sotto vuoto ad 80°C potremmo supporre un contenuto di materiale attivo pari al 65%. Nel seguito si riporta una breve descrizione delle caratteristiche più salienti dei materiali utilizzati. Le schede tecniche complete dei materiali sono riportate in allegato al rapporto.

1. Vinavil EVA 06E. L'EVA [C.A.S. N°. 24937-78-8] è un copolimero casuale prodotto da monomeri di etilene (non polare) e acetato di vinile (VA) (polare). La presenza dell'unità etilenica conferisce una maggiore stabilità rispetto al PVA. Il vantaggio principale di copolimeri EVA è la loro vasta gamma di proprietà che può essere ottenuta variando il contenuto di VA. In commercio è possibile trovare copolimeri EVA con un contenuto di VA compreso tra l'uno ed il quaranta per cento in peso. Vinavil E06 PA è una polvere ridisperdibile a base di copolimero vinilacetato - etilene, ad alto contenuto vinilico che presenta ottima compatibilità con tutti i tipi di carica. Vinavil E06 PA è ottenuto essiccando una dispersione copolimerica in condizioni controllate; alla polvere così ottenuta viene aggiunto in quantità predefinita un agente anti-impaccante (alcol polivinilico), il quale garantisce il mantenimento delle proprietà del prodotto durante lo stoccaggio e l'utilizzo. Per semplice aggiunta d'acqua a Vinavil E06 PA e sotto leggera agitazione meccanica, è possibile ricostituire la dispersione polimerica originaria. I vantaggi del polimero EVA includono la durezza intrinseca, l'alta resilienza, la migliore flessibilità rispetto al polietilene a bassa densità misurata su una

vasta gamma di temperature, ed una eccellente resistenza a stress ambientali alla rottura. Questa resina offre diversi vantaggi per l'uso in molte applicazioni dove ora si usano altri polimeri quali il cloruro di polivinile plastificato e vari tipi di gomme.

Tabella 1. Composizione delle stese prima e successivamente all'evaporazione della frazione volatile.

Componente	Quantità %	Frazione non evaporabile
Vinavil EVA 06E	5.3	2.756 (52%)
Acqua	46.6	-
Carbon Black	3.0	3.0
Litio ferro fosfato	25.6	25.6
PEG 600	5.9	5.9
Triacetina	8.3	8.3
Antiterra 250	0.3	0.21 (70%)
BYK 346	1.2	0.54 (45%)
BYK 7420	0.5	0.2 (40%)
DISPERBYK 2012	2.9	1.16 (40%)
Airex 902	0.2	0.048 (24%)
BYK 1640	0.2	0.124 (62%)
Totale	100.0	~ 47.8

2. Carbon black. Il carbon black o nerofumo [CAS N°. 1333-86-4] è praticamente carbonio elementare puro in forma di particelle colloidali che sono prodotte dalla combustione incompleta o decomposizione termica di idrocarburi gassosi o liquidi in condizioni controllate. Il suo aspetto fisico è quello di un polvere nera finemente suddivisa. Il suo utilizzo negli elettrodi è legata alla sua elevata superficie specifica ed alle dimensione e struttura delle particelle che conferiscono all'elettrodo una elevata conducibilità elettrica. Il nerofumo è prodotto partendo da oli pesanti come materia prima. Il forno di produzione usa un reattore chiuso per atomizzare l'olio in condizioni attentamente controllate (principalmente temperatura e pressione). La materia prima principale viene introdotto in un flusso di gas caldo (ottenuta dalla combustione di una materia prima secondaria, ad esempio, gas naturale o olio) dove vaporizza e poi pirolizza in fase vapore per formare particelle di carbonio microscopiche. Il nerofumo prodotto viene convogliato attraverso il reattore, raffreddato e raccolto in filtri a maniche in un processo continuo. Il nerofumo è chimicamente costituito per più del 97% da carbonio elementare disposto a formare particelle aciniformi (a grappolo d'uva).

3. LiFePO₄. Il materiale attivo LiFePO₄ (LFP) [CAS N°. 15365-14-7] è stato acquistato dalla ditta Gelon. Il materiale è stato prodotto in Cina nell'area di Shandong ed è venduto con il numero seriale GN-P198-H. Si presenta come polvere nera con una densità apparente di 1.1±0.2 g cm⁻³. La taglia media delle particelle è di 3-5 micron. I valori di D90, D50 e D10 sono rispettivamente 10±3, 1.7±0.5 e 0.5±0.2 µm. (In altre parole possiamo dire che il 10% delle particelle nei campioni in esame ha una dimensione più piccola di 0.5 micrometri, che il 50% delle particelle è più piccolo di 1.7 micrometri ed il 90% delle particelle ha dimensioni inferiori a 10 micrometri). Il contenuto di umidità (calcolato come perdita di peso al riscaldamento) è inferiore allo 0.2% in peso. Per tale motivo si consiglia un trattamento termico in stufa sotto vuoto a 100~120°C per 6 ore prima di utilizzarlo in batteria. L'area specifica superficiale (SSA) è di 15±2 m²/g Il contenuto di carbone è del 1.8±0.3 % . La capacità dichiarata è di 140 mAh/g quando la cella è scaricata a 0.5C tra i limiti di tensione di 2.5V-3.9 V con una efficienza Coulombica superiore del 90%.

4. PEG 600. Il PEG 600 [CAS N°. 25322-68-3] è un composto poliossidrilico non ionico. Chimicamente è un polietere-diolo legato con gruppi eteri e con due gruppi ossidrilici terminali dal peso molecolare compreso tra 570 e 630 u.m.a. solubile in acqua a causa del legame idrogeno che si instaura tra le molecole di acqua e gli atomi di ossigeno nella catena polimerica. Ha una densità di vapore inferiore a 1 (rispetto all'aria). La

pressione di vapore è inferiore a 0.01 mmHg (a 20°C). La temperatura di autoignizione è di 581°C. La viscosità a 20°C è di 150-190 mPa.s. Il punto di fusione è di 17-22°C e la densità di 1.12 g ml⁻¹. Agisce come un tensioattivo ed è in grado di ridurre la tensione superficiale dell'acqua riducendo i danni da tensione capillare quando l'acqua evapora. L'entità della diminuzione della tensione superficiale è correlata direttamente al peso molecolare del PEG, il quale ha una bassa tossicità e viene utilizzato in una vasta gamma di applicazioni industriali come disperdente, portante, solvente e intermedio nella produzione di tensioattivi.

5. Triacetina. La triacetina, nome chimico triacetato di glicerile [CAS N°.102-76-1], è il triestere acetico della glicerina. Ha peso molecolare di 218.2 u.m.a. ed è solubile in acqua di 64 g per litro. Ha una densità di 1.16 cm⁻³ e il punto di fusione è di -78°C. La pressione di vapore è inferiore a 0.1 mmHg (a 20°C). La temperatura di autoignizione è di 130°C. La viscosità a 20°C è di 150-190 mPa.s.

La triacetina è un plasticizzante efficace per tutti i tipi di estere di cellulosa ed è accettata dalla "F&D" americana come plasticizzante non tossico anche per uso alimentare. Viene spesso usata in campo farmaceutico come solvente per antisettici e fungicida e anche nell'industria di fonderia come legante per la preparazione degli stampi in sabbia e delle anime. È utilizzata come solvente nella produzione delle fragranze e, recentemente, anche dai produttori di adesivi come sostituto degli ftalati, che sono stati vietati per legge. Infine la triacetina ha trovato applicazioni nel campo della tintoria e nel settore alimentare.

6. Antiterra 250. È una molecola proprietaria di cui non si conosce esattamente la struttura chimica. Si tratta comunque di una soluzione di un sale di alchilammonio di un polimero acido ad alto peso molecolare. Additivo bagnante e disperdente a flocculazione controllata, previene ed evita la sedimentazione di cariche minerali e di pigmenti inorganici in sistemi vernicianti a base acqua, tipo i primer e i fondi riempitivi, gli adesivi e i sigillanti a base acqua. Adatto per sviluppare paste concentrate "slurry" a base di cariche minerali, in sistemi a base acqua l'additivo agisce mediante flocculazione controllata delle cariche e delle particelle. Riduce la viscosità dei sistemi carichi prevenendo sedimentazione e affioramento e aumenta la proprietà tissotropica. Nei prodotti vernicianti, sempre a base acquosa, l'additivo agisce mediante flocculazione controllata dei pigmenti, impedendone l'affioramento verticale e orizzontale, evitando la sedimentazione e la colatura. A causa del meccanismo della flocculazione controllata, l'additivo potrebbe causare una lieve perdita della brillantezza.

7. BYK 346. Si tratta di un derivato polisilossanico modificato sciolto in dipropilenglicol monometil etero. È un tensioattivo utilizzato per rivestimenti acquosi, inchiostri da stampa e vernici da sovrastampa perché comporta una forte riduzione della tensione superficiale e conseguente miglioramento della bagnatura del substrato nonché il livellamento. Diminuisce le proprietà schiumogene.

8. BYK 7420. È un additivo liquido usato per sistemi di rivestimento acquosi, utile per migliorare le proprietà anti-rilassamento e anti-sedimentazione. L'additivo è anche particolarmente adatto per la produzione di concentrati di pigmento acquosi. BYK-7420 crea un comportamento di tipo fluido tixotropico. Infatti, se mescolato al materiale di rivestimento, l'additivo genera una struttura di rete tridimensionale ed il comportamento a flusso tixotropico risultante è particolarmente adatto per la prevenzione della sedimentazione e accrescere le proprietà anti-rilassamento senza compromettere il livellamento. L'additivo è molto facile da usare perché non è necessario regolare il valore del pH o controllare la temperatura durante l'incorporazione. In generale, viene quindi usato per controllare e modulare il comportamento tixotropico dei fluidi e per ottimizzare le loro proprietà anti-cedimento e livellamento.

9. DISPERBYK 2012. È una soluzione di un copolimero con gruppi pigmento affini. È usato come additivo bagnante e disperdente per i rivestimenti acquosi e inchiostri da stampa. Particolarmente indicato per dispersioni che contengono alte concentrazioni di pigmento, sia con sia senza *binder*. Stabilizza una moltitudine di pigmenti, pigmenti organici soprattutto trasparenti e opachi tra cui anche il nerofumo. Questo additivo dall'alto peso molecolare migliora la forza del colore, la trasparenza, la brillantezza e la

stabilità di stoccaggio mediante stabilizzazione sterica. Non influenza la stabilità dei sistemi sensibili al pH ed è quindi particolarmente indicato per l'impiego in formulazioni a base di leganti cationici.

10. Airex 902. L'additivo è costituito da un'emulsione di un silossano polietere, copolimero, contenente silice pirogenica. È indicato per sistemi acquosi, nei quali previene la macro e la micro-schiuma. Possiede un'alta compatibilità ed ha una elevata efficacia (agisce diminuendo i difetti superficiali). Specifico per sistemi applicati a spruzzo con airless, è particolarmente indicato per sistemi trasparenti e pigmentati.

11. BYK-1640. Il prodotto, a base di polimeri, senza silicone e VOC, è usato come antischiuma per rivestimenti acquosi, inchiostri da stampa, adesivi, rivestimenti di carta e chimici per l'edilizia. È un antischiuma molto versatile per sistemi acquosi. L'additivo è particolarmente indicato per la produzione e l'applicazione di idropitture e intonaci. Il materiale è privo di siliconi e olio minerale e quindi particolarmente adatto per sistemi VOC-free. BYK-1640 è stabile agli acidi e alcali e può essere utilizzato nell'intervallo di pH 3-12; ha un effetto antischiuma spontanea ed è adatto anche per prevenire microschiume.

2.3 Deposizione delle stese

Le stese elettrodiche sono state deposte su un foglio di alluminio dello spessore di 10 micron utilizzando la tecnica del "Doctor blade" (o tape casting). Questa è una delle tecniche più ampiamente utilizzate per la sua semplicità. Il metodo del "Doctor blade" è un processo che è stato originariamente sviluppato nel corso del 1940 come un metodo per formare fogli sottili di materiali piezoelettrici e condensatori [1] ed è ora diventato un metodo di rivestimento di substrati di alta precisione. Il nome prende origine da un brevetto rilasciato nel 1952, che si concentra sull'uso di miscele acquose e non acquose applicate tramite il movimento di un dispositivo medico a lama utilizzato in chirurgia [2] (doctor blading device). Nel processo "Doctor blade", una sospensione ben miscelata costituita da una sospensione di particelle ceramiche insieme ad altri additivi (quali leganti, disperdenti e plastificanti) è posta su un substrato in posizione oltre la lama (o racla o coltello). Quindi si stabilisce un movimento relativo costante tra la lama e il substrato in modo tale da permettere alla sospensione di diffondersi sul substrato per formare un foglio sottile che si traduce in un strato di copertura dopo essiccamento. Variando l'altezza del coltello è possibile variare lo spessore del rivestimento. Il processo "Doctor blade", può operare a velocità fino a diversi metri al minuto ed è adatto a vari substrati coprendo una vasta gamma di spessori che vanno da 20 a diverse centinaia di micron (ad umido). Nel nostro caso sono stati utilizzati quattro differenti spessori ad umido pari a 350, 400, 500 e 750 micron. Questo processo può essere utilizzato per ottenere rivestimenti partendo anche da sospensioni dotate di elevata viscosità.

2.4 Caratterizzazione morfologica

Dalle stese elettrodiche così preparate sono stati ritagliati degli elettrodi circolari di 12 mm di diametro. Per ogni elettrodo è stato misurato il peso e lo spessore e i dati sono riportati in Tabella 2. Per valutare la porosità degli elettrodi, la densità teorica e apparente sono state calcolate. L'equazione (1) è stata utilizzata per valutare la densità teorica dell'elettrodo composito:

$$d_t = \frac{d_p}{\sum x_i \frac{d_p}{d_{p(i)}}} \quad (1)$$

dove: d_t è la densità teorica dell'elettrodo denso (porosità 0%) [g cm^{-3}], $d_{p(i)}$ è la densità teorica dell' i-esimo componente come determinata dal picnometro ad elio [g cm^{-3}] e x_i è la frazione in peso dell' i-esimo componente.

Tabella 2. Peso, spessore, volume e densità geometrica degli elettrodi utilizzati per la determinazione della porosità.

Stesa	Peso (mg)	Spessore (micron)	Volume (cm ³)	Densità (mg cm ⁻³)	Porosità (%)
300 micron	10.9	60	7.92	1.38	61.77
300 micron	10.0	60	6.78	1.47	59.46
400 micron	16.6	90	10.18	1.63	44.09
400 micron	16.4	108	12.21	1.34	64.96
500 micron	21.9	126	14.25	1.54	52.91
500 micron	19.9	122	13.80	1.44	62.93
750 micron	36.6	216	24.43	1.50	56.85
750 micron	35.6	195	22.05	1.61	45.57

La densità dei singoli componenti dell'elettrodo composito, come determinato dal picnometro di elio, e la loro percentuale nell'elettrodo, sono riportati in Tabella 3. In tabella sono riportati solo i componenti più significativi (quelli con una percentuale in peso superiore al 7.0%).

Tabella 3. Densità dei singoli componenti dell'elettrodo composito e loro percentuale nell'elettrodo.

Materiale	LiFePO ₄	Carbone	EVA	PEG 600
Densità [g/cm ³]	3.6	2.13	0.94	1.12
Percentuale in peso [%]	65.0	7.6	7.0	15.0

Dai dati riportati in Tabella 3 e tramite l'utilizzo dell'eq. (1) è possibile calcolare la densità teorica del nostro elettrodo che risulta essere 2.35 g cm⁻³.

L'eq. (2) è stata utilizzata per calcolare la densità apparente (o geometrica) degli elettrodi:

$$d_a = \frac{m_s}{V_s} \quad (2)$$

dove: d_a è la densità apparente dell'elettrodo [g cm⁻³], m_s è la massa del campione [g] e V_s è il volume dell'elettrodo [cm³]. Considerando il peso specifico degli elettrodi, la loro area (1,13 cm²) e gli spessori, è possibile calcolare la densità apparente degli stessi, densità che è riportata in Tabella 2.

L'eq. (3) è utilizzata per calcolare la porosità dell'elettrodo:

$$p = \frac{d_t - d_a}{d_t} 100 \quad (3)$$

dove: d_t è la densità teorica dell'elettrodo denso [g cm⁻³] (valutata utilizzando eq. (1)) d_a è la densità geometrica dell'elettrodo [g cm⁻³] (valutata utilizzando l'eq. (2)) e p è la porosità dell'elettrodo [%]. La porosità dell'elettrodo, calcolata utilizzando l'eq. (3), risulta essere compresa tra il 65 e il 45 %, un valore molto elevato per elettrodi per batterie al litio. Si renderà quindi necessario un processo di laminazione al fine di ridurre la porosità.

In Figura 2 è mostrato una immagine al microscopio ottico delle sezioni dei quattro elettrodi mentre in Tabella 4 è riportato lo spessore misurato.

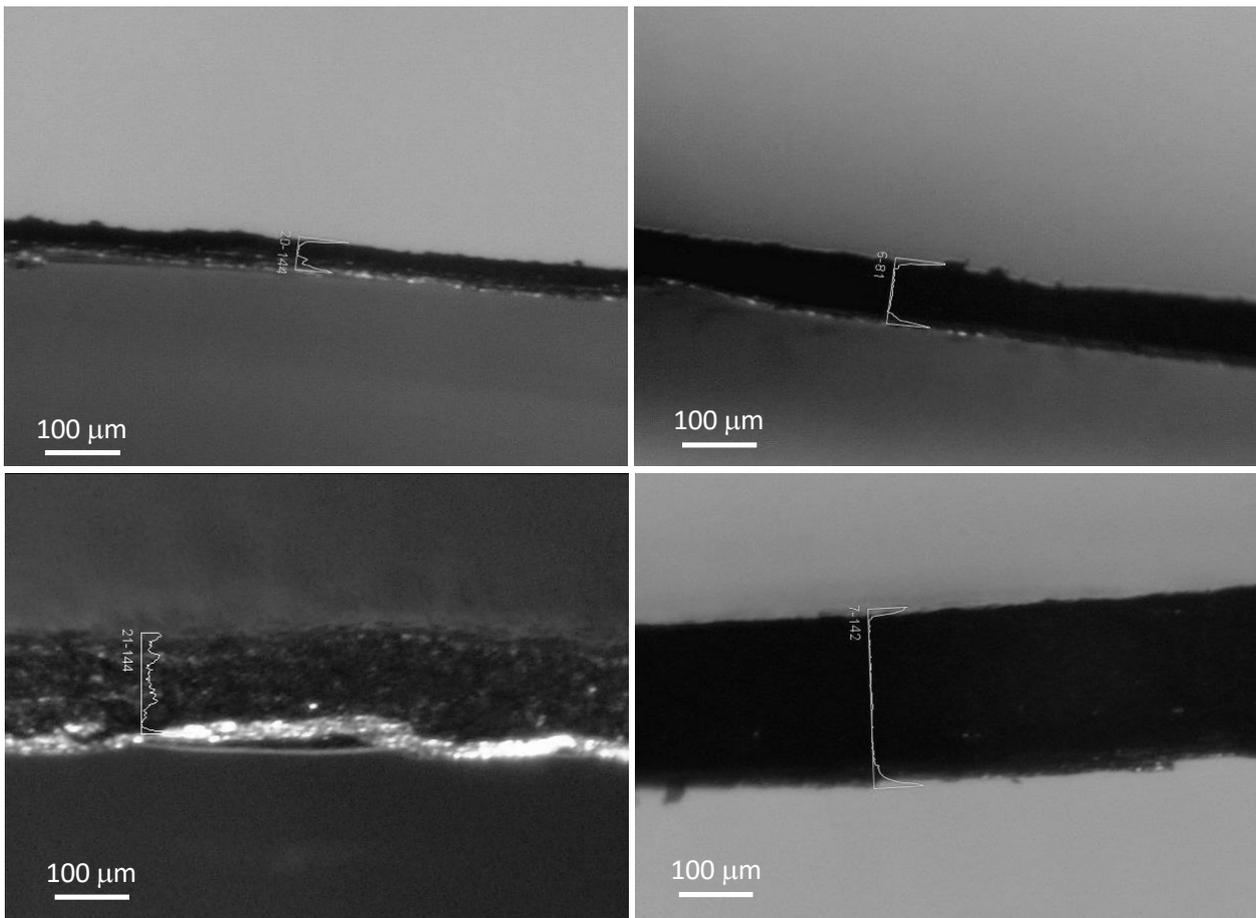


Figura 2. Immagini al microscopio ottico relative ai quattro campioni: stesa da 300 micron (in alto a sinistra), stesa da 400 micron (in alto a destra), stesa da 500 micron (in basso a sinistra), stesa da 750 micron (in basso a destra).

Tabella 4. Valori dello spessore misurato tramite microscopio ottico.

Stesa	Spessore medio (micron)
300 micron	45
400 micron	90
500 micron	130
750 micron	210

Nelle Figure 3 e 6 sono riportate le immagini acquisite a basso ingrandimento (20X) ed a più alto ingrandimento (300X) della differenti stese. A basso ingrandimento si può notare l'uniformità delle stese ottenute. A più alto ingrandimento si evidenzia invece la rugosità delle stese. La dispersione della granulometria delle quattro stese è riportata in Figura 7. Ad eccezione della stesa da 500 micron per la quale la granulometria è distribuita su un range di valori molto esteso, le altre stese presentano un valore di granulometria con un raggio delle particelle compreso tra 10 e 40 micron.

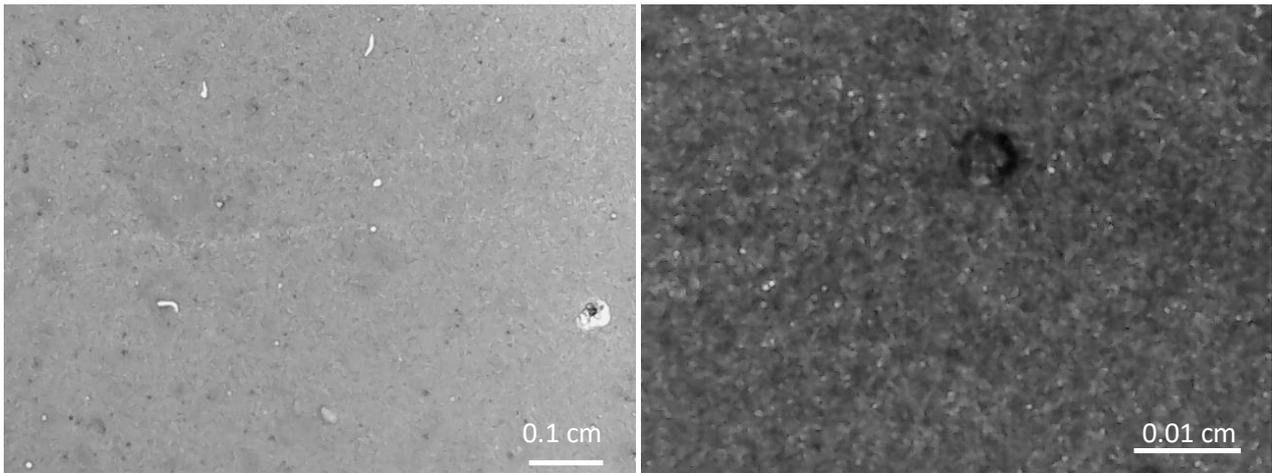


Figura 3. Immagine a basso ingrandimento (20X) ed ad alto ingrandimento (300X) della stesa da 300 micron.

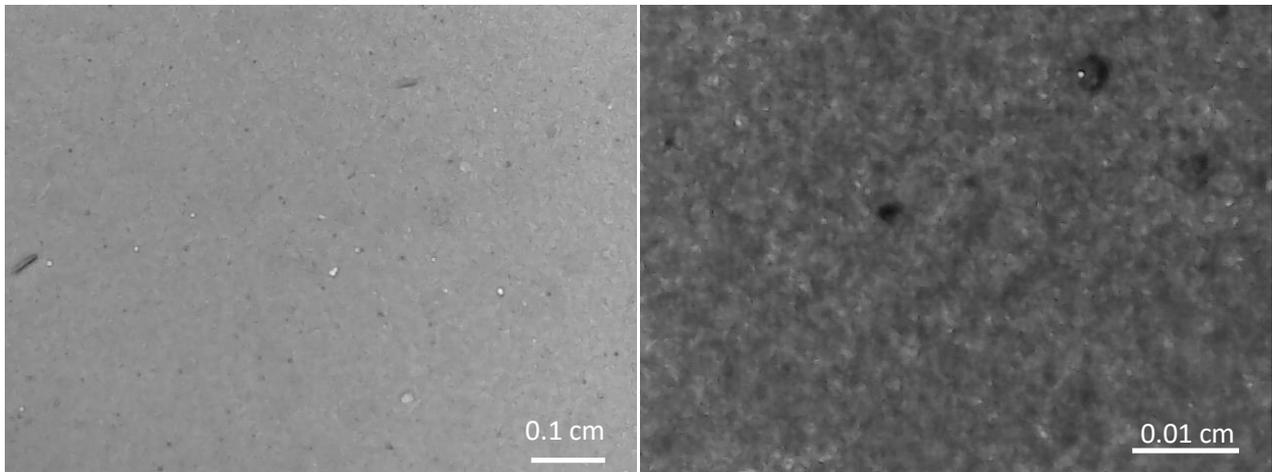


Figura 4. Immagine a basso ingrandimento (20X) ed ad alto ingrandimento (300X) della stesa da 400 micron.

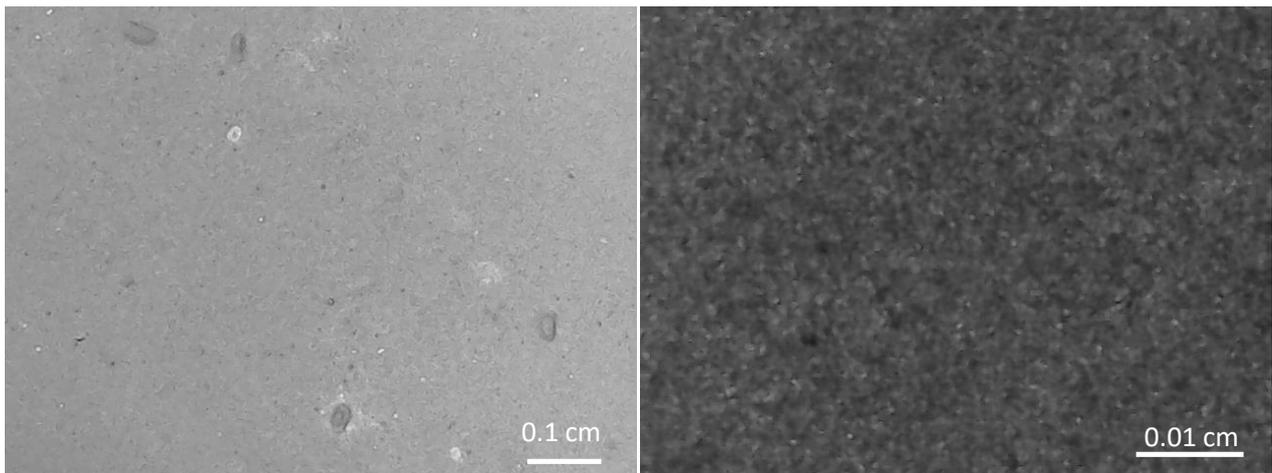


Figura 5. Immagine a basso ingrandimento (20X) ed ad alto ingrandimento (300X) della stesa da 500 micron.

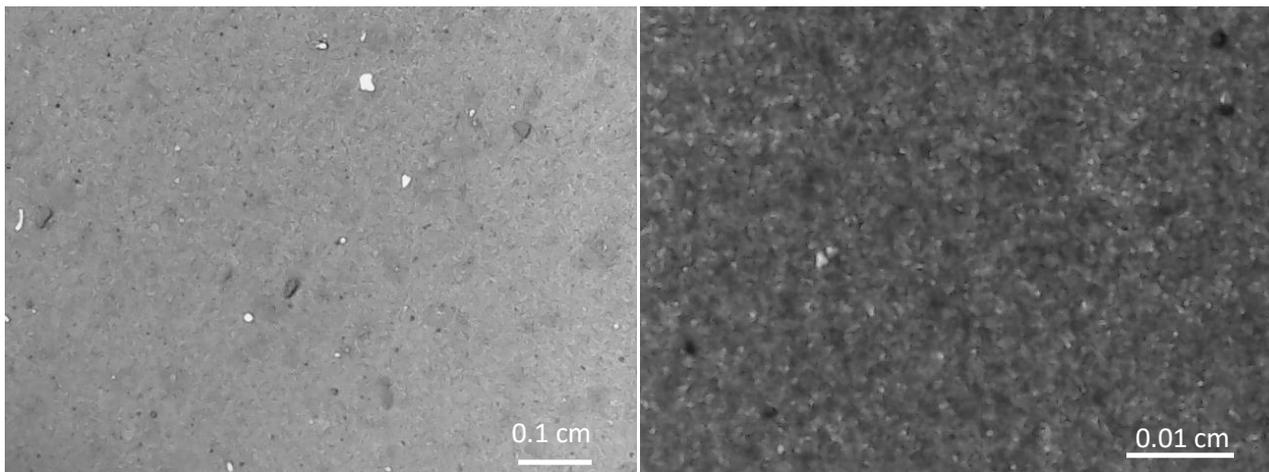


Figura 6. Immagine a basso ingrandimento (20X) ed ad alto ingrandimento (300X) della stesa da 750 micron.

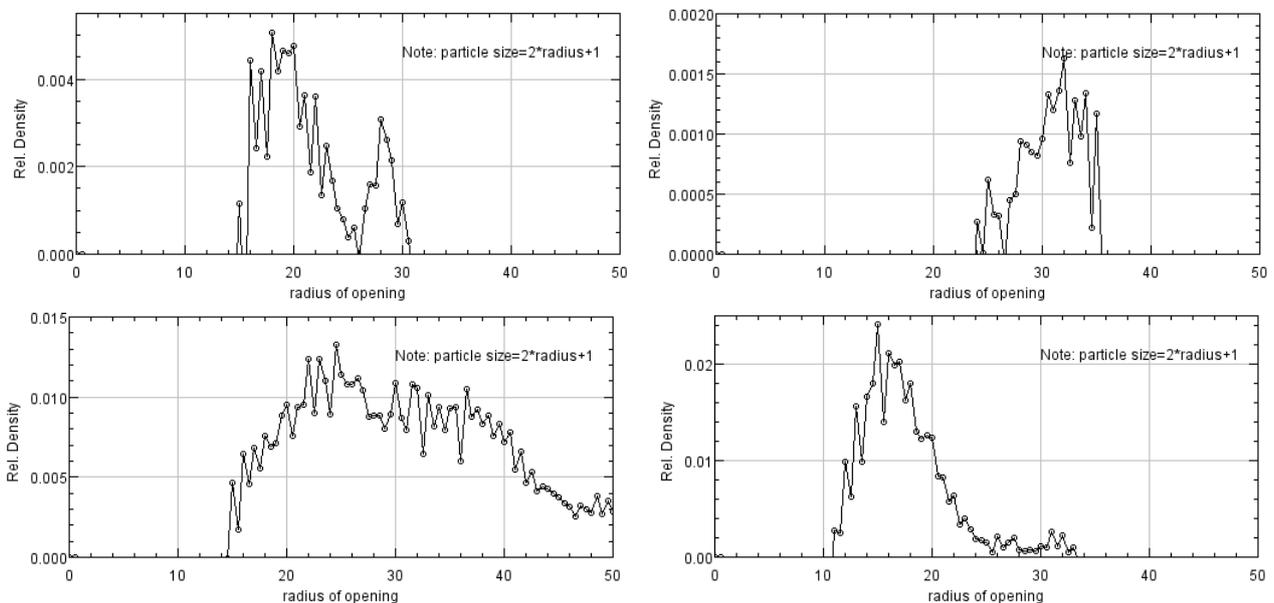


Figura 7. Dispersione della granulometria delle quattro stese: stesa da 300 micron (in alto a sinistra), stesa da 400 micron (in alto a destra), stesa da 500 micron (in basso a sinistra), stesa da 750 micron (in basso a destra).

2.5 Caratterizzazione elettrochimica

Prima della caratterizzazione elettrochimica, le stese sono state scaldate in forno termoregolato a 80°C sotto vuoto per 48 h. Durante questo processo parte del materiale si è condensato sulla parete del forno ma, non avendo provveduto a pesare le singole stese prima del trattamento termico, non è stato possibile quantificare la perdita di peso. Il contenuto di materiale solido nominale delle stese è del 44.5% in peso. Su questa base si può stimare che la percentuale di LFP è di circa il 57%. Se supponiamo che alcune delle sostanze utilizzate nella preparazione delle stese sia evaporata durante il trattamento sotto vuoto a 80°C, possiamo ragionevolmente supporre un contenuto di materiale attivo pari al 65%. Nel corso del rapporto si utilizzerà questo valore come percentuale di materiale attivo. Tale valore risulta comunque basso in quanto occorrerebbe portarlo almeno al 75% al fine di aumentare la densità energetica dell'elettrodo. Dalle stese elettrodiche sono stati ritagliati degli elettrodi circolari da 1 cm di diametro. Come percentuale di materiale attivo negli elettrodi è stato utilizzato un valore del 65%. La Tabella 5 riporta il peso degli elettrodi, quello del materiale attivo, la capacità ed il nome del file degli elettrodi utilizzati per la caratterizzazione

elettrochimica. Per il calcolo della capacità è stato utilizzato il valore della capacità specifica teorica, pari a 170 mAh per grammo di materiale attivo.

Tabella 5. Peso degli elettrodi, del materiale attivo in esso contenuto, capacità e il nome del file degli elettrodi utilizzati per la caratterizzazione elettrochimica.

Stesa	Peso (mg)	Mat. attivo (mg)	Capacità (mAh)	File name
300 micron	7.3	4.74	0.8	4272-73-9495.032
300 micron	8.3	5.39	0.9	4272-73-9538.030
400 micron	10.4	6.76	1.1	4272-73-9384.006
400 micron	10.9	7.08	1.2	4272-73-9437.024
500 micron	13.5	8.77	1.5	4272-73-9126.001
500 micron	12.9	8.38	1.4	4272-73-9126.002
750 micron	23.2	15.0	2.5	4272-73-9190.008
750 micron	20.4	13.2	2.2	4272-73-9323.005

Gli elettrodi sono stati inseriti in una cella a bottone e separati tramite un separatore in fibra di vetro dal contro-elettrodo di litio metallico. Sono stati quindi aggiunte alcune gocce di soluzione elettrolitica costituita da: LP-30 Aldrich; LiPF₆ in etilene carbonato (EC)insieme a dimetil carbonato (DMC) con rapporto in peso 1:1. Le celle sono state testate con un ciclatore per batterie al litio (MACCOR 4000) caricandole e scaricandole per 10 cicli ad una corrente pari a C/10 (è stata utilizzata una corrente pari ad 1/10 del valore della capacità dell'elettrodo). La tensione di fine carica è stata posta pari a 4.2 V mentre quella di fine scarica pari a 2.5 V. In queste condizioni il tempo massimo di carica e di scarica era di 10 ore. È stato posto un limite temporale al processo di carica per cui lo stesso non poteva durare più di 15 ore.

3 Risultati

1. Stesa da 300 micron. La Figura 8 riporta i profili di tensione in funzione del tempo della cella 4272-73-9495.032.

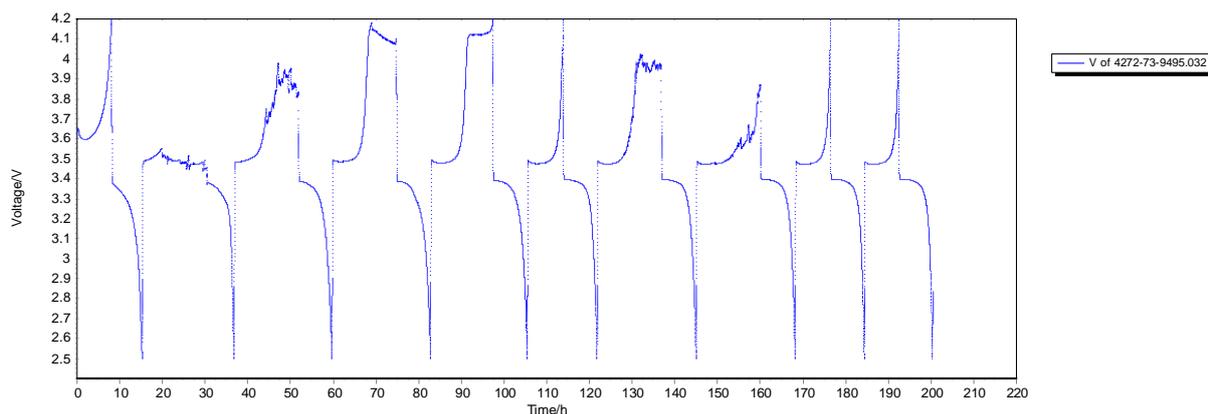


Figura 8. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9495.032.

Il primo ciclo è stato regolare sia in carica che in scarica, ma il secondo ciclo in carica ha avuto un problema in quanto, prima di raggiungere i 3.6 V, si è innescata una reazione parassita che ha impedito al sistema di raggiungere la tensione di fine carica. Per questo motivo il processo di carica è proseguito fino a quando è intervenuto il limite temporale delle 15 ore. Si nota comunque che la successiva scarica è stata abbastanza buona nonostante il problema registrato in carica. Durante la terza carica si è superato il valore soglia dei 3.6 V ma il problema della reazione parassita si è registrato a circa 3.7 V. Anche la successiva scarica è stata buona. Nel quarto e quinto ciclo la tensione di cella è arrivata fino quasi a 4.2 V ma prima di raggiungere

questo valore si è innescato il processo parassita. Infine al quinto ciclo si nota un ciclo completo di carica e scarica. Purtroppo i problemi si ripresentano poi nei due cicli successivi mentre gli ultimi due sono di nuovo buoni. Per meglio evidenziare l'andamento della cella, in Figura 9 si riporta il valore di tensione in funzione della capacità specifica per i primi tre cicli di carica e scarica. Durante il primo ciclo di carica la cella si comporta regolarmente ma carica solo 135 mAh per grammo. In scarica è capace di restituire 120 mAh per grammo, pari all'89% di quanto caricato. Al secondo ciclo, arrivata ad una tensione di 3.55 V si innesca la reazione parassita dopo che la cella ha caricato meno di 80 mAh per grammo. In scarica però la cella restituisce quasi 110 mAh per grammo, per cui durante il processo parassita parte della capacità è comunque accumulata nell'elettrodo. Al terzo ciclo il processo parassita parte dopo aver superato i 3.7 V ed accumulato 125 mAh per grammo. In scarica la cella restituisce 130 mAh per grammo.

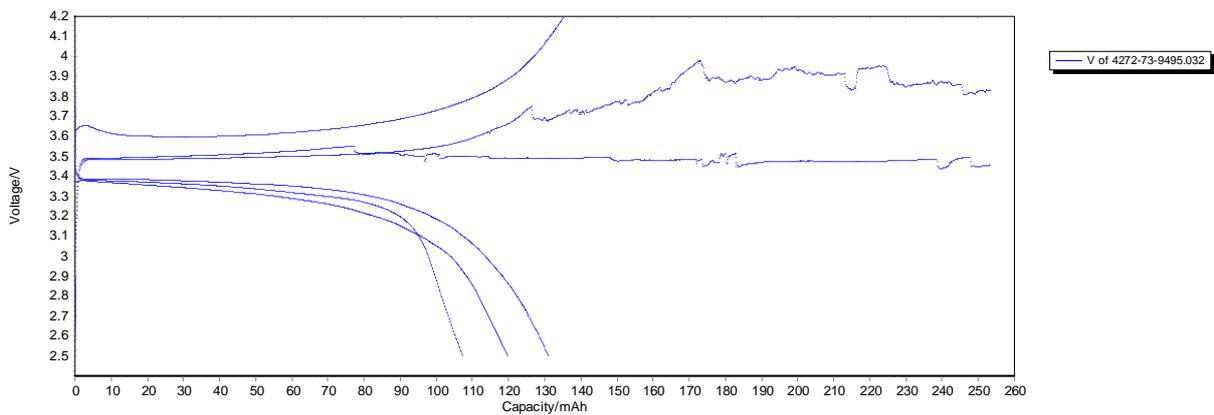


Figura 9. Profili di tensione in funzione della capacità per i primi tre cicli per la cella 4272-73-9495.032.

La Figura 10 mostra la capacità specifica in carica (in rosso) e quella in scarica (in blu) durante i 10 cicli. Quando si innesca il processo parassita la cella carica una quantità di capacità elevata mentre quando questo non si innesca la capacità in carica è appena superiore di quella in scarica. In scarica, quasi indipendentemente dal processo parassita, la capacità si attesta appena sotto i 140 mAh per grammo.

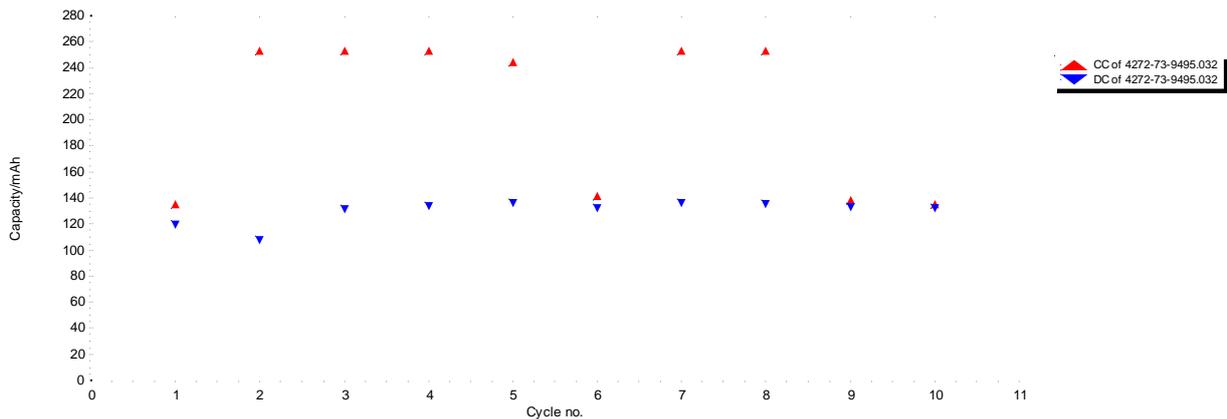


Figura 10. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9495.032.

La Figura 11 mostra i profili di tensione in funzione del tempo durante i cicli di carica e scarica della cella 4272-73-9538.030, preparata con la stessa stesa della precedente. Il comportamento è leggermente diverso perché il processo parassita inizia al primo ciclo, prima che la tensione di cella raggiunga i 3.8 V. Lo stesso dicasi per il secondo ciclo, mentre al terzo ciclo la tensione di cella riesce ad arrivare fino a 4.1 V prima che inizi il processo parassita. Gli ultimi cinque cicli sono invece regolari. La Figura 12 mostra la

capacità specifica in carica (in rosso) e quella in scarica (in blu) durante i 10 cicli. Anche in questo caso c'è un'enorme discrepanza tra il valore di capacità in carica e scarica durante i primi cinque cicli nei quali è presente la reazione parassita, mentre negli ultimi cinque cicli la capacità in carica ed in scarica coincide. In ogni modo, come già osservato nella cella precedente la capacità specifica rimane sempre inferiore ai 140 mAh per grammo.

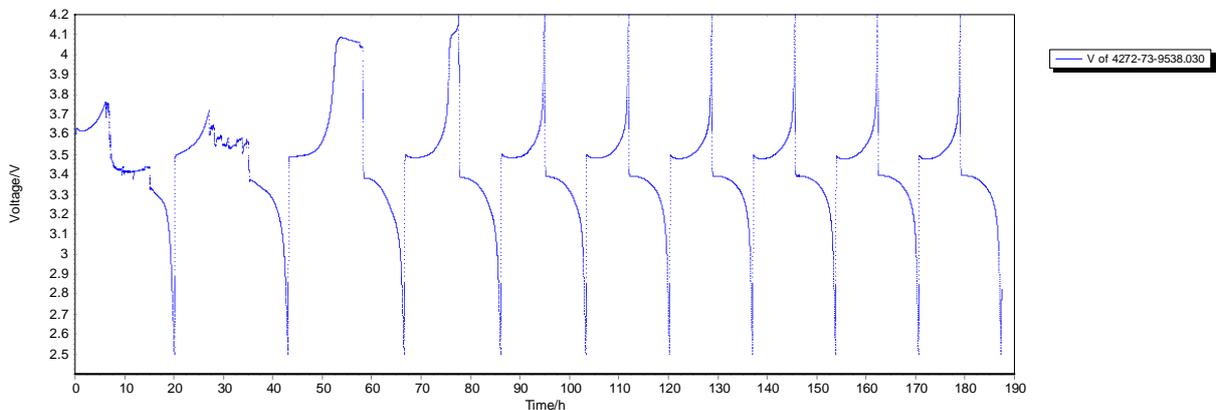


Figura 11. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9538.030.

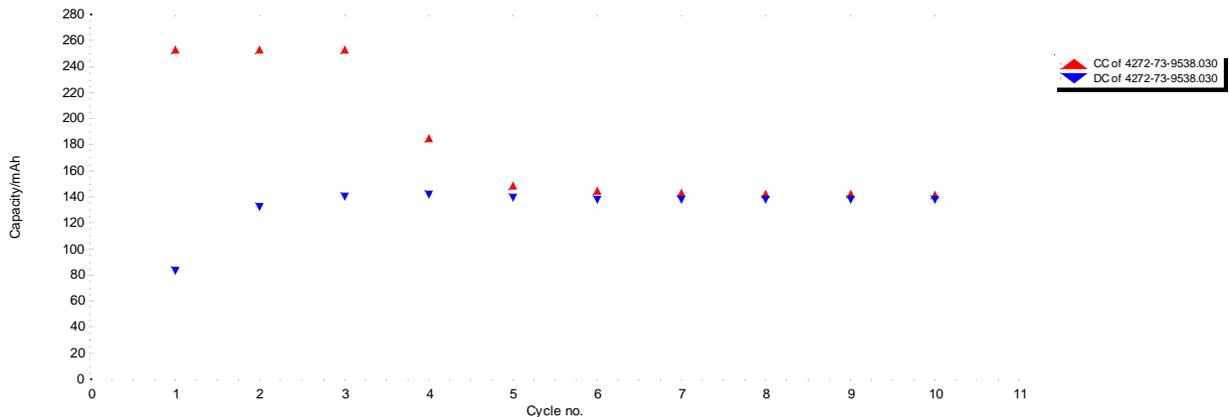


Figura 12. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9538.030.

2. Stesa da 400 micron. La batteria 4272-73-9384.006 (Figure 13 e 14) ha mostrato tre cicli in cui la tensione è riuscita a superare i 3.6 V mentre negli altri cicli questa è rimasta sempre sotto i 3.5 V. Nei tre cicli sopradetti (il primo, il terzo e l'ottavo) la capacità specifica in scarica è risultata elevata (160, 175 e 180 mAh per grammo).

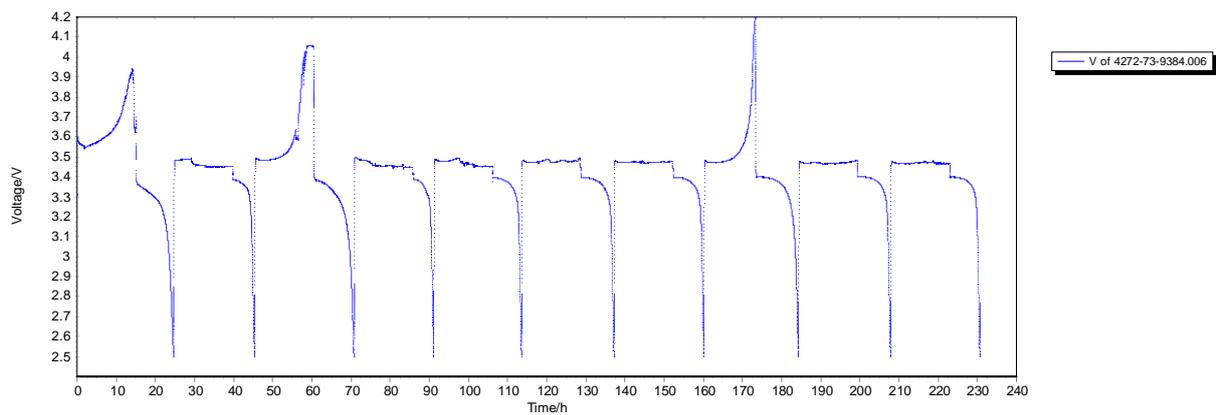


Figura 13. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9384.006.

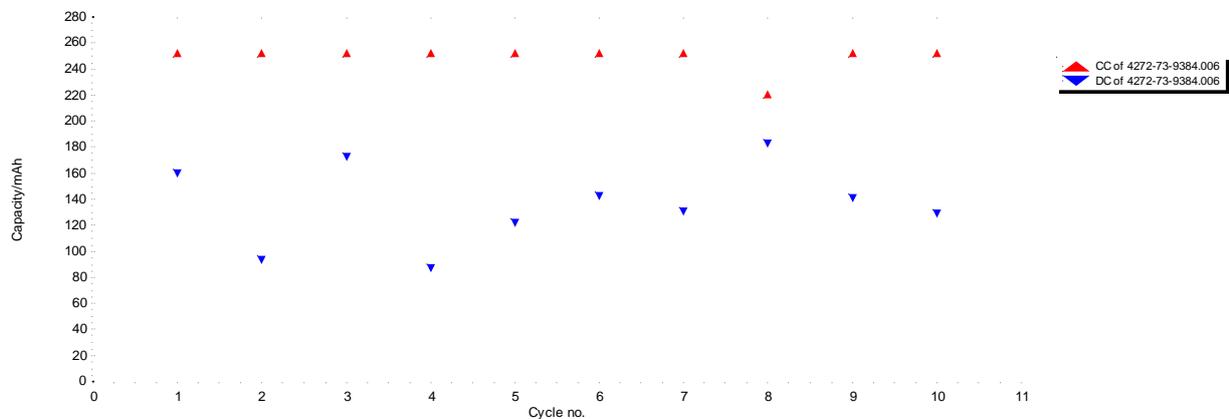


Figura 14. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9384.006.

Al contrario la batteria 4272-73-9437.024 (Figure 15 e 16) ha mostrato solo un ciclo (il secondo) nel quale si è ravvisato il processo parassita mente negli altri si è arrivati sempre a toccare il valore di fine carica selezionato a 4.2 V. Ciononostante la capacità specifica in carica e scarica si è attestata 140 mAh per grammo.

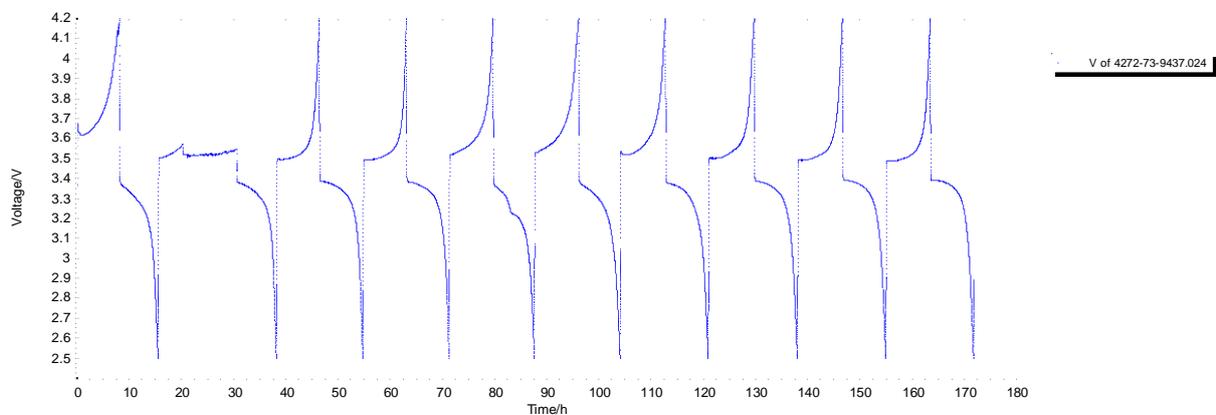


Figura 15. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9437.024.

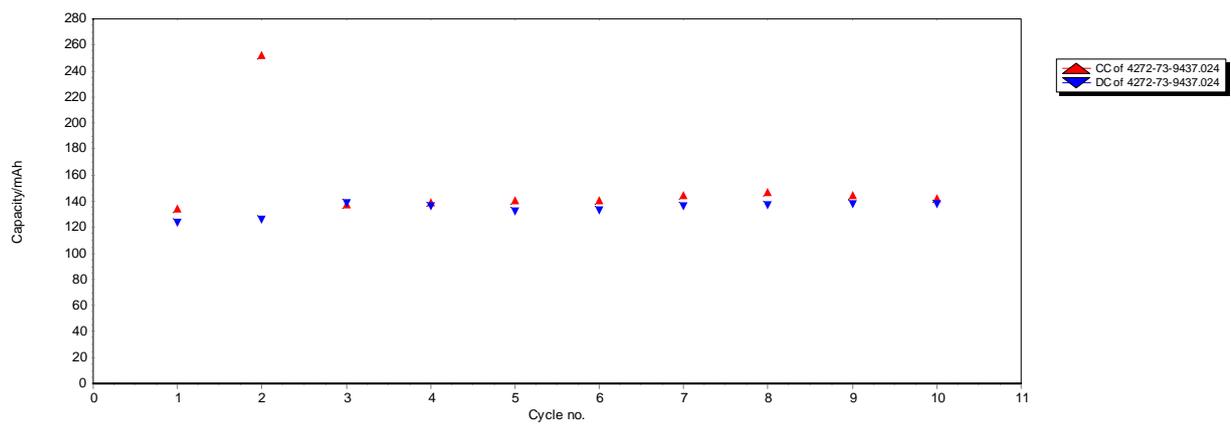


Figura 16. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9437.024.

3. Stesa da 500 micron. La cella 4272-73-9126.001 (Figure 17 e 18) ha mostrato 4 cicli in cui la tensione ha superato i 3.8 V ed altri in cui il processo parassita è subentrato prima. In questi cicli la capacità ha raggiunto valori elevati prossimi ai 180 mAh per grammo.

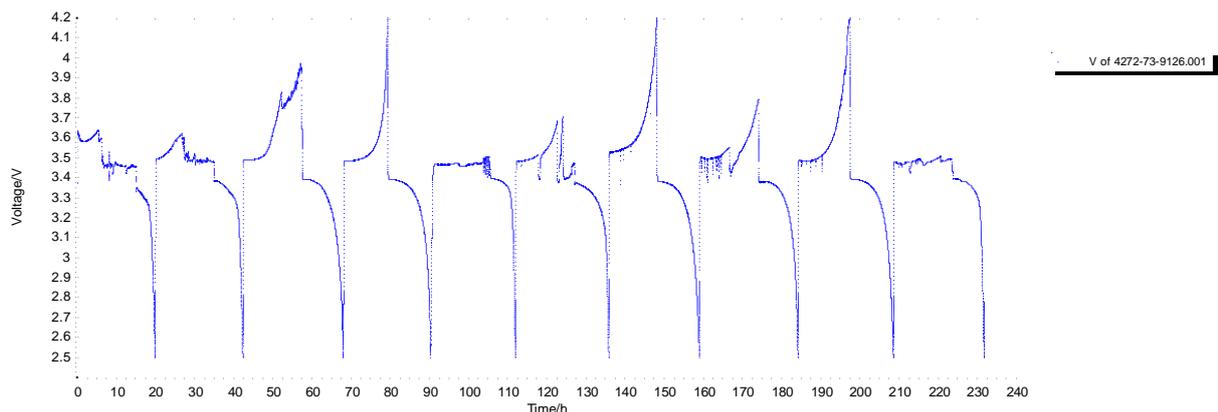


Figura 17. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9126.001.

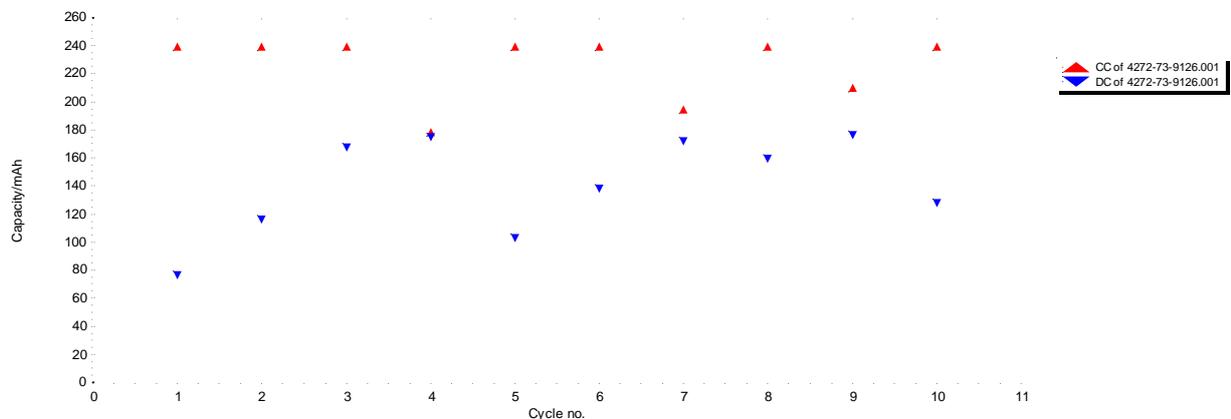


Figura 18. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9126.001.

Al contrario la cella 4272-73-9126.002 (Figure 19 e 20) ha avuto un comportamento del tutto differente. Solo al primo ciclo la cella ha raggiunto un valore di tensione in carica superiore a 3.7 V mentre in tutti gli altri cicli la tensione è rimasta molto bassa (inferiore ai 3.6 V al terzo ciclo e inferiore a 3.5 V per tutti gli altri). Ciononostante nei cicli 3, 4, e 5 si sono raggiunti discreti valori di capacità specifica in scarica (compresi tra 150 e 160 mAh per grammo).

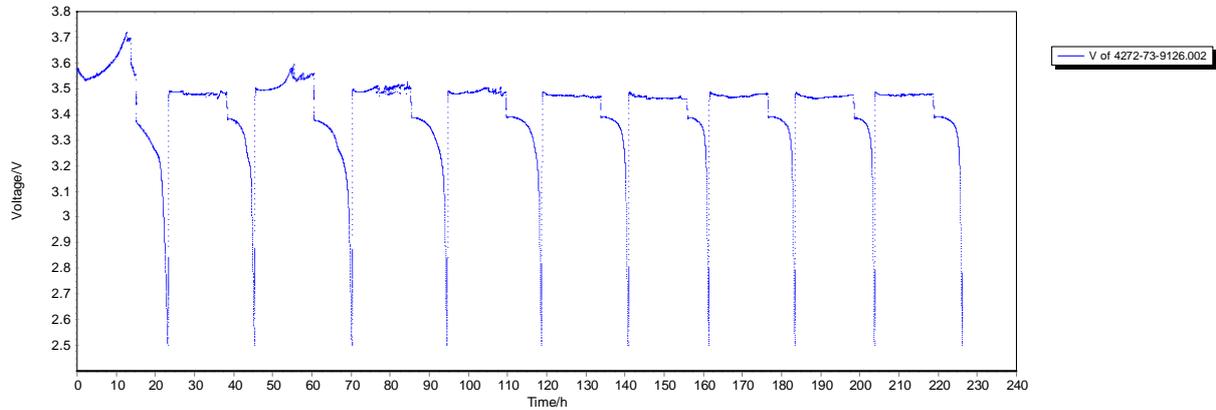


Figura 19. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9126.002.

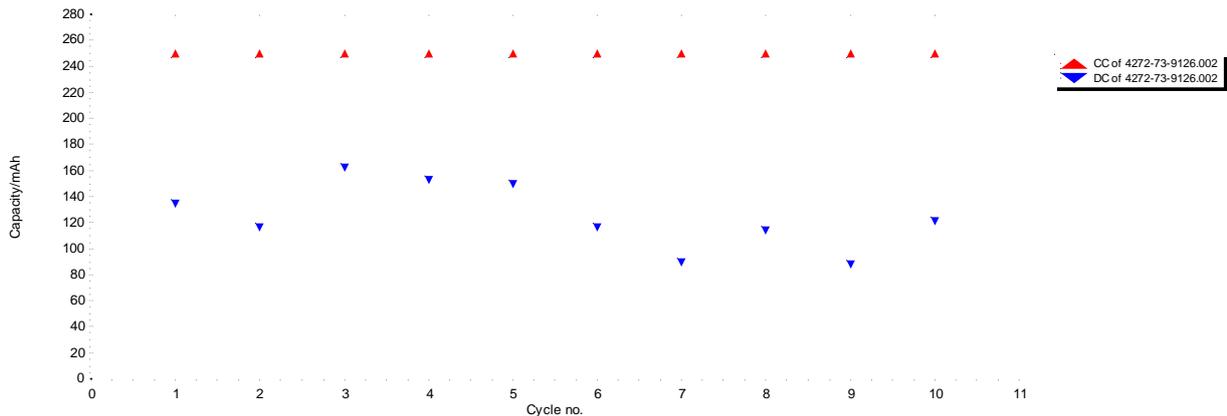


Figura 20. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9126.002.

4. Stesa da 750 micron. La cella 4272-73-9190.008 (Figure 21 e 22) ha migliorato progressivamente durante i primi tre cicli aumentando il valore della tensione in carica prima che partisse la reazione parassita raggiungendo il valore impostato di fine carica (4.2 V) al terzo ciclo. Successivamente la tensione di cella non è mai riuscita a salire oltre i 3.6 V. La capacità specifica è cresciuta durante i primi tre cicli portandosi a poco meno di 160 mAh per grammo al terzo ciclo. Anche i tre cicli seguenti mostrano valori interessanti di capacità superiori a 140 mAh per grammo. La capacità scende drammaticamente nei cicli successivi.

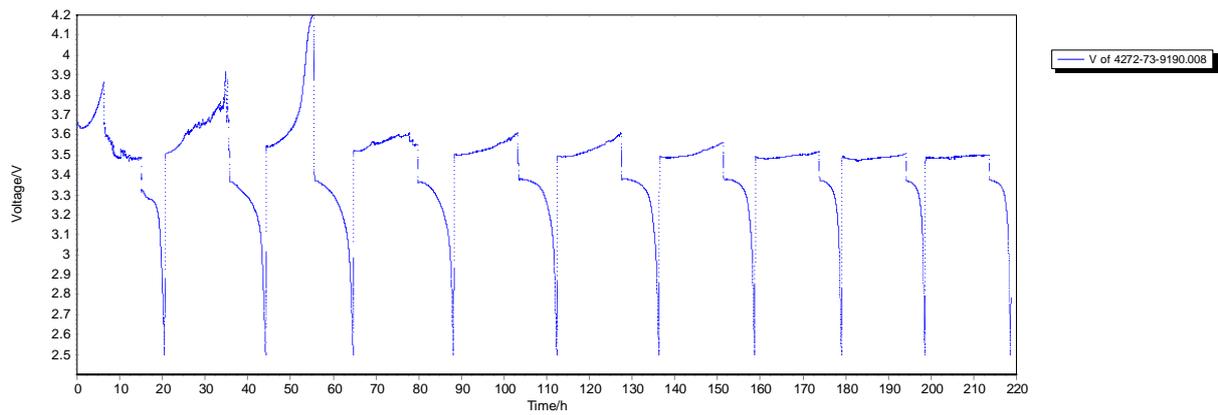


Figura 21. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9190.008.

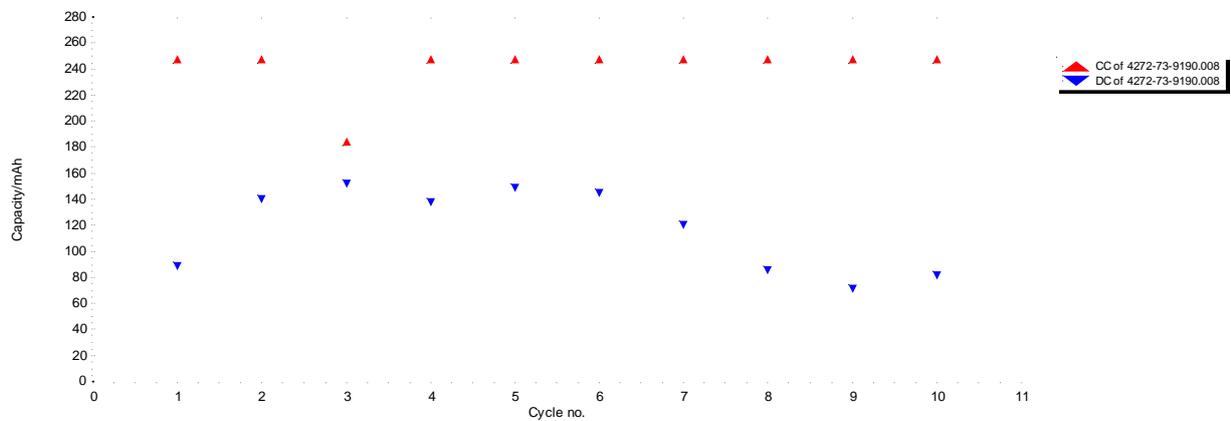


Figura 22. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9190.008.

La cella 4272-73-9323.005 (Figure 23 e 24) dopo un esordio insoddisfacente recupera man mano e riesce a compiere sei cicli arrivando a toccare tensioni di carica elevate. L'ultimo ciclo è però di nuovo caratterizzato da una bassa tensione di cella. La capacità cresce durante i primi tre cicli e si porta ad un valore superiore a 160 mAh per grammo. Questo valore è mantenuto durante i sei cicli suddetti per poi scendere nuovamente all'ultimo ciclo.

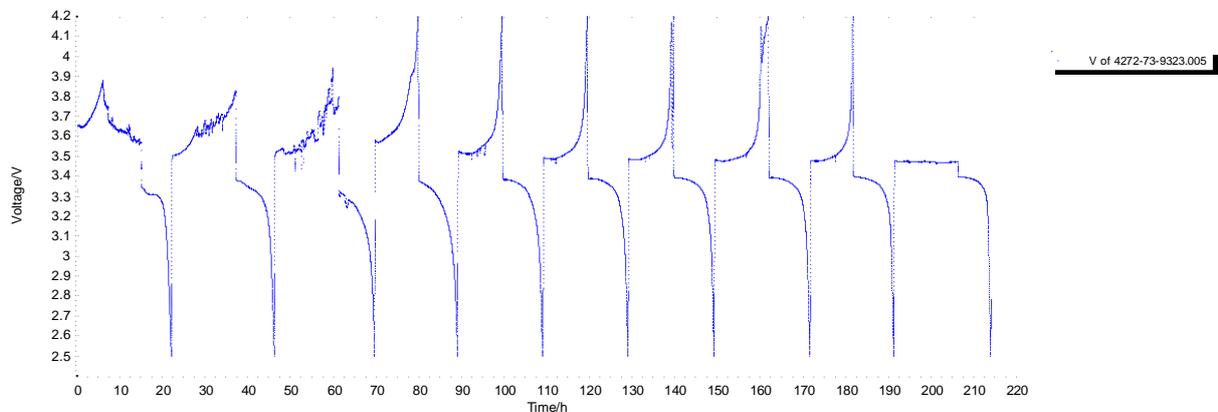


Figura 23. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4272-73-9323.005.

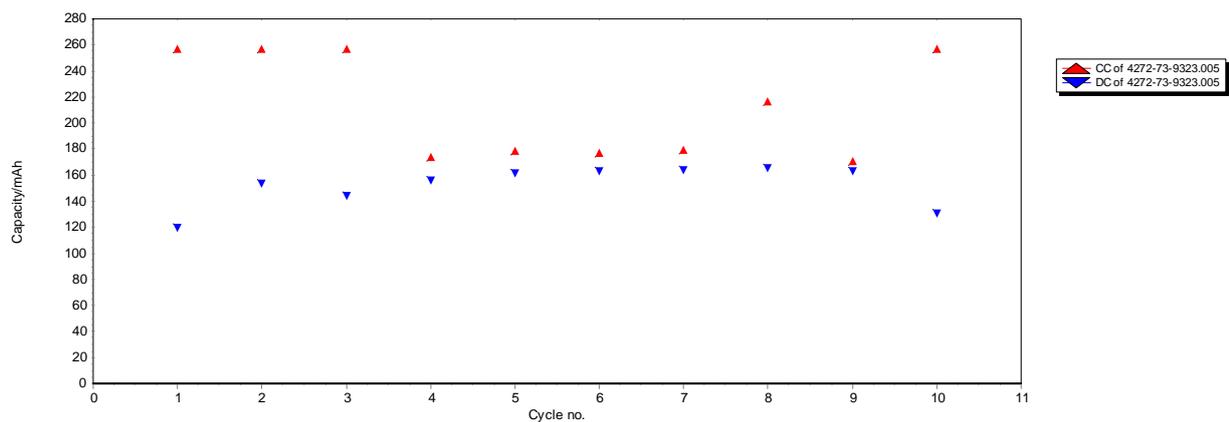


Figura 24. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4272-73-9323.005.

5. Stesa da 500 micron dopo lavaggio con solvente. Sono stati ritagliati due elettrodi dalla stesa da 500 micron. Uno dei due elettrodi è stato posto in un becher contenente 10 ml di DMC mentre l'altro è stato posto in un becher contenente 10 ml d acqua. Dopo qualche minuto i due elettrodi sono stati rimossi e posti in un becher contenente THF. Quindi sono stati asciugati in forno scaldato a 80°C. La tabella successiva riporta i pesi prima e dopo il lavaggio e la perdita di peso in percentuale rispetto al peso iniziale dell'elettrodo.

Tabella 6. Pesi prima e dopo il lavaggio con il corrispondente solvente e conseguente perdita di peso.

Solvente	Peso elettrodo	Peso dopo lavaggio	Perdita di peso	Perdita di peso
DMC	13.8 mg	11.5 mg	2.3 mg	16.6 %
Acqua	15.5 mg	12.6 mg	2.9 mg	18.7%

Con gli elettrodi sono state preparate due batterie. Per la capacità specifica si è operato come in precedenza utilizzando il peso dell'elettrodo e moltiplicandolo per 0.6. La tabella 7 riporta il peso degli elettrodi, quello del materiale attivo, la capacità, il rapporto tra il peso dell'elettrodo e lo spessore nominale della stesa ed il nome del file degli elettrodi utilizzati per la caratterizzazione elettrochimica.

Tabella 7. Spessore nominale della stesa, peso degli elettrodi, del materiale attivo in esso contenuto, capacità, rapporto tra il peso dell'elettrodo e altezza della stesa e nome del file degli elettrodi lavati.

Solvente	Stesa	Peso (mg)	Mat. attivo (mg)	Capacità (mAh)	Rapporto Peso/Stesa	File name
DMC	500 micron	13.8	8.28	1.40	2.76	4274-05-9854.017
Acqua	500 micron	15.5	9.30	1.58	3.10	4274-06-2857.018

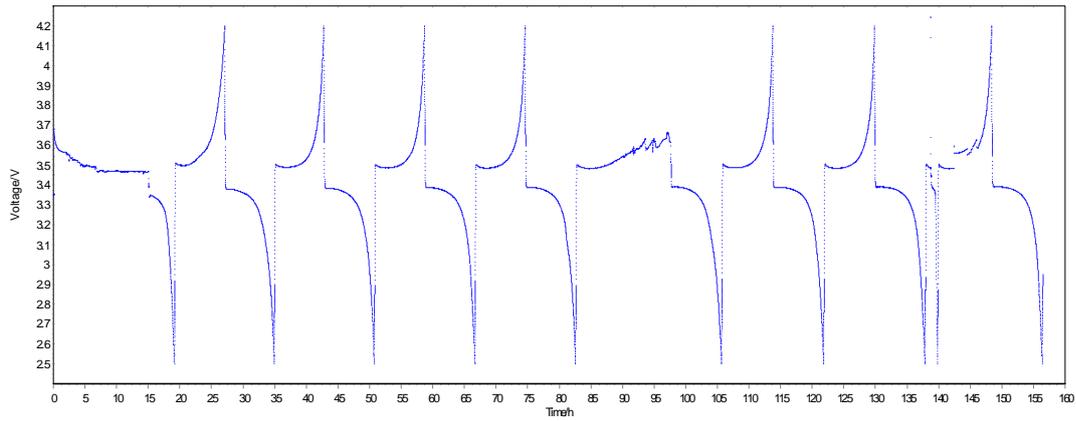


Figura 25. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4274-05-9854.017.

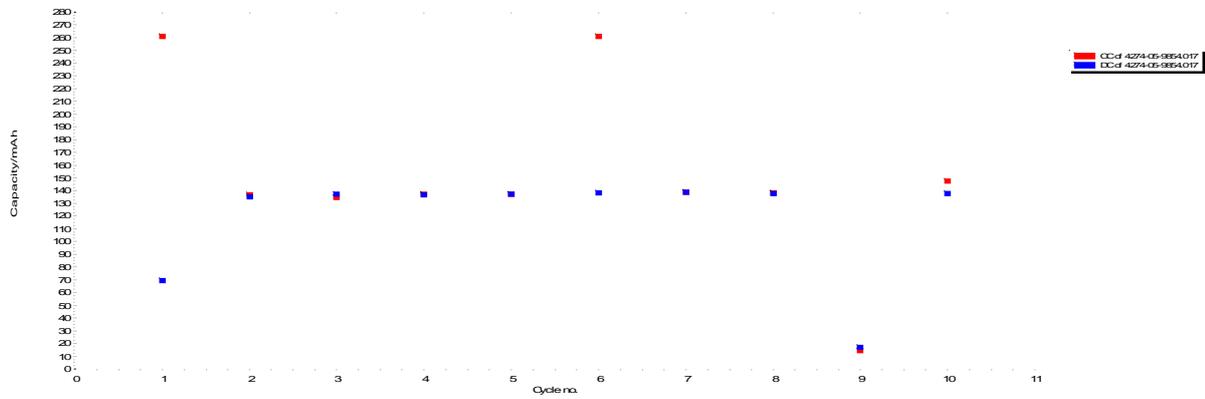


Figura 26. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4274-05-9854.017.

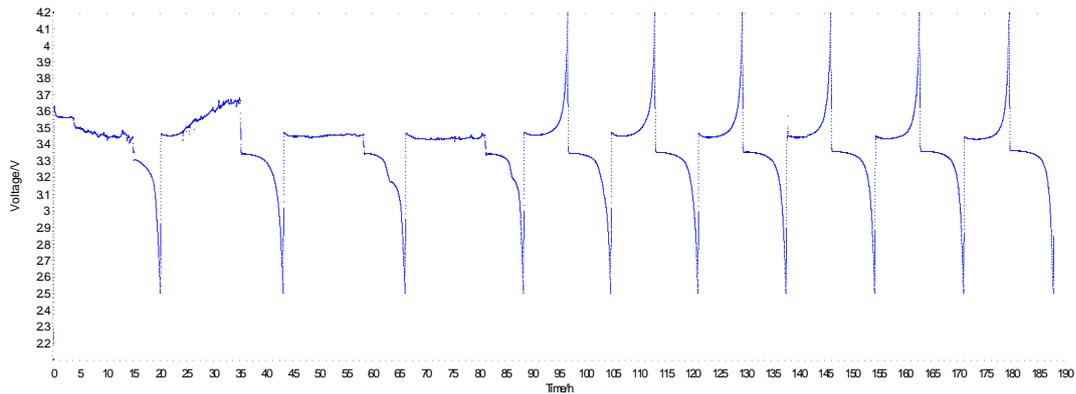


Figura 27. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4274-09-2857.018.

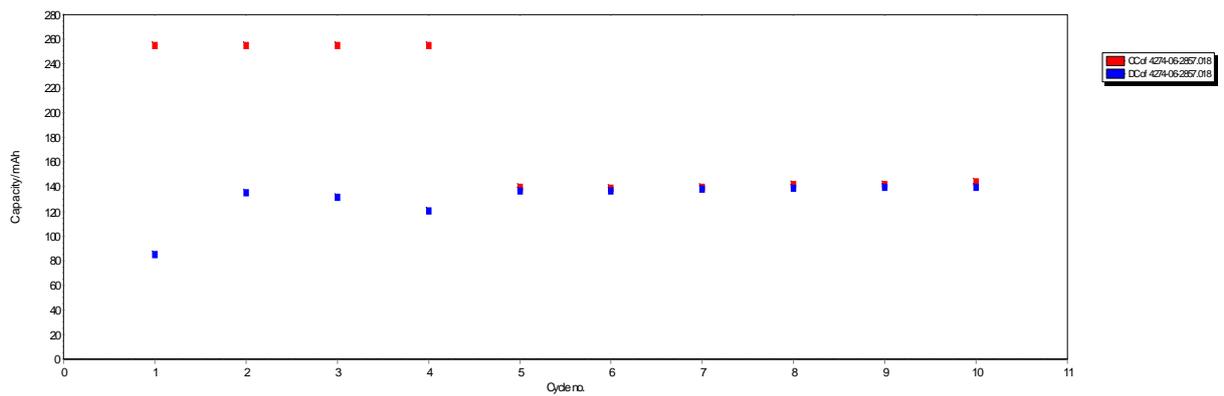


Figura 28. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 10 cicli per la cella 4274-09-2857.018.

L'elettrodo lavato con DMC inizia la prima carica ma quando la tensione arriva a 3.5 V inizia il processo parassita che determina una diminuzione della tensione di cella. La batteria presenta una carica elevata che si ferma solo dopo 15 ore. In scarica l'elettrodo è capace di restituire 70 mAh per grammo. Al contrario del primo, i successivi quattro cicli sono regolari. Al sesto si ripresenta la carica anomala ma la successiva scarica è in linea con le precedenti. Il nono ciclo è anomalo in quanto uno spike nella tensione ha portato la batteria ad invertire il processo di carica prima che lo stesso fosse terminato. Nell'ultimo ciclo, anche se il profilo di tensione sembra disturbato, la capacità caricata e scaricata è nei limiti regolari. Il materiale lavato con acqua presenta il processo parassita per i primi quattro cicli mentre, a partire dal quinto, la situazione si normalizza e le cariche e le scariche rientrano nei limiti.

Per escludere problemi strumentali nella comprensione di questi fenomeni parassitari, la prima delle due batterie è stata spostata sul canale 5 (file 4275-45-1156.005) mentre la seconda è stata spostata sul canale 6 (file 4275-45-1202.006) e sono state fatte ripartire con ciclazioni a vari *rate* di scarica. Le celle sono state scaricate a rate pari a C/10, C/5, 1C, 2C, 3C e 5C, mentre la carica è stata effettuata a 1C rate fino a 4.2 V e poi a potenziale costante fino a che la corrente non è ridotta a 1/10 di quella iniziale. Le Figure 29 e 30 riportano i profili di tensione in funzione della capacità specifica.

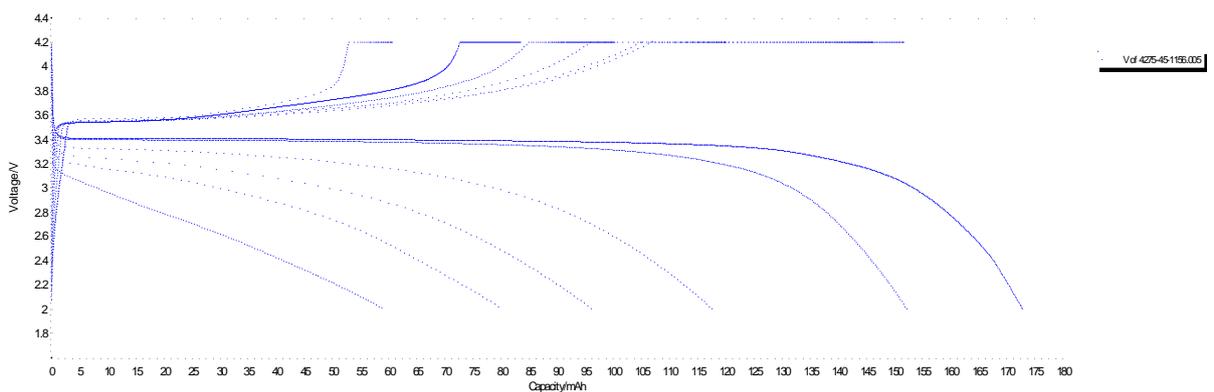


Figura 29. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4275-45-1156.005 registrati tra il 13° ed il 18° ciclo.

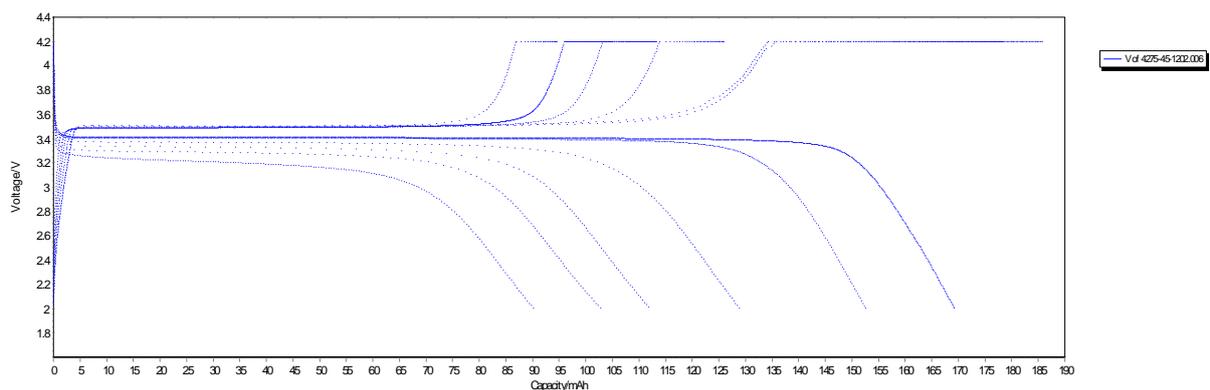


Figura 30. Profili di tensione in funzione del tempo per la cella 4275-45-1202.006 registrati tra il 13° ed il 18° ciclo.

Si nota innanzitutto che entrambe le celle, quando scaricate a C/10, riescono a raggiungere la capacità teorica di 170 mAh per grammo, cosa che non si era registrata nei cicli precedenti condotti galvanostaticamente a C/10 in cui la capacità era limitata a 140 mAh per grammo. Tra le due figure si nota che, all'aumentare del rate di scarica, mentre la cella 005 diminuisce sia in capacità che in tensione media di scarica, quella 006 pur diminuendo in capacità mantiene il plateau di scarica fin quasi al termine della stessa. La cella 005 presenta inoltre una isteresi di voltaggio tra carica e scarica superiore a quella 006. La perdita di capacità con l'aumentare della corrente di scarica è meglio osservata in figura 31 dove si riporta la capacità specifica in funzione della corrente di scarica specifica per le due celle. Entrambe perdono capacità ma quella preparata con l'elettrodo lavato con acqua mantiene meglio la capacità rispetto all'altra. Essendo gli elettrodi preparati con la stessa stesa è probabile che la maggior perdita di capacità, la mancanza di un plateau ben definito e la maggior isteresi tra carica e scarica osservati per la cella 005 (quella lavata con il DMC) siano da imputare ad una maggior resistenza di cella dovuta non tanto al differente tipo di lavaggio cui sono stati sottoposti gli elettrodi ma piuttosto alla realizzazione della cella stessa che ha determinato una maggior resistenza interna.

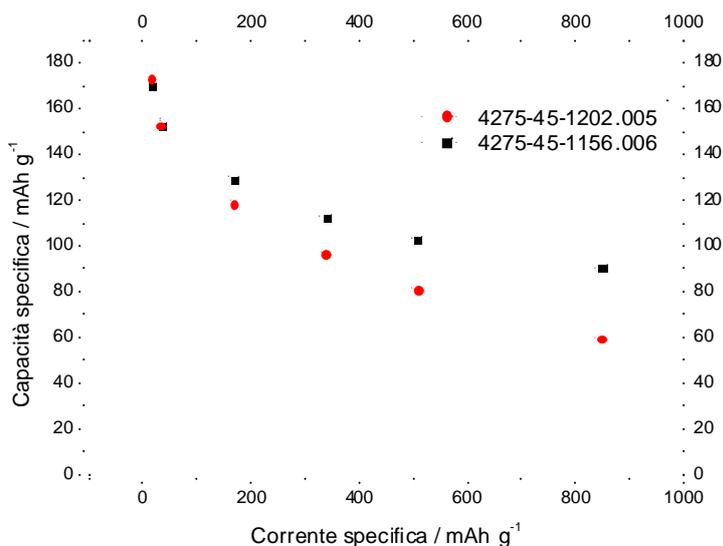


Figura 31. Capacità specifica in funzione della corrente di scarica specifica per le due celle.

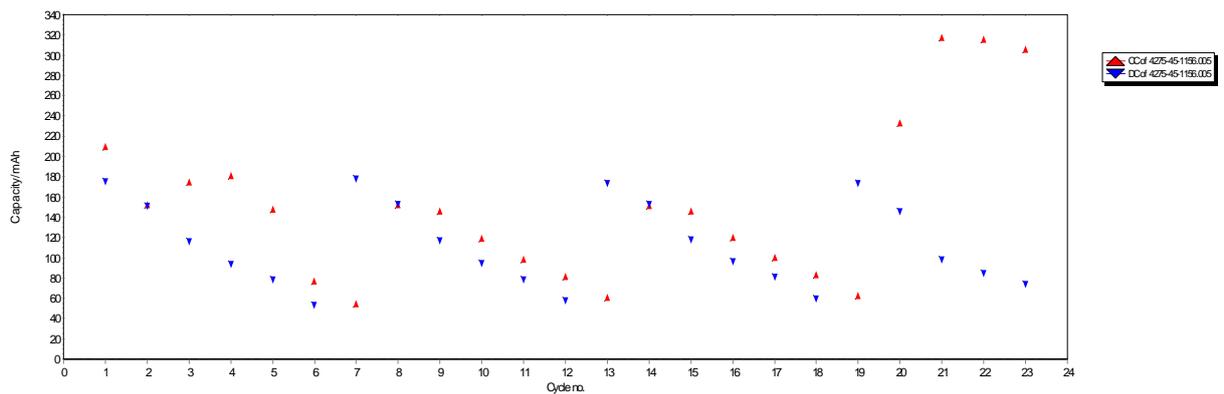


Figura 32. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 23 cicli per la cella 4275-45-1156.005.

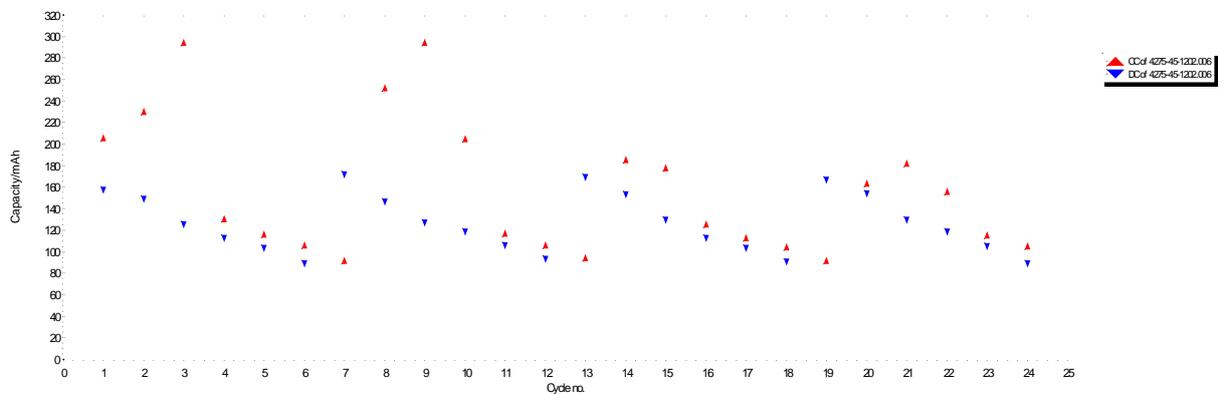


Figura 33. Capacità specifica in carica (in rosso) e in scarica (in blu) durante 24 cicli per la cella 4275-45-1202.006.

Le figure 32 e 33 mostrano la capacità in carica e scarica durante i cicli condotti a diverse velocità di scarica per le due celle. Si nota che, pur se in alcuni cicli la capacità in carica e quella in scarica coincidono, il rapporto tra carica e scarica è alterato confermando che il processo di lavaggio, nonostante abbia migliorato di molto le prestazioni delle celle, non ha rimosso del tutto il componente che determina il processo parassita che affligge le celle in carica. Da quanto osservato si capisce che uno o più componenti introdotti nella formulazione delle stese elettrodiche è elettrochimicamente attivo e si comporta disturbando il processo di carica. Considerato che il processo parassita è randomico e che non si esaurisce con i primi cicli, anzi perdura per molto tempo si potrebbe ipotizzare un meccanismo d'azione di tipo shuttle. Il componente responsabile della reazione parassita dovrebbe essere solubile nell'elettrolita. Quando la tensione sul catodo arriva ad un determinato valore il componente si comporta da depolarizzante ossidandosi al catodo e abbassando la tensione di cella. Il prodotto di ossidazione è anch'esso solubile nell'elettrolita per cui diffonde verso l'anodo e quando è arrivato in contatto con questo si riduce, rigenerando il prodotto di partenza. Questo una volta formato migra nuovamente verso il catodo dove il processo si ripete.

È difficile ipotizzare quale sia il componente elettrochimicamente attivo responsabile del processo parassita. A priori potremmo escludere l'EVA, il PEG e la triacetina in quanto queste sostanze sono state utilizzate in precedenti esperimenti nei quali non si sono rivelati i fenomeni parassiti. La Tabella 9 riporta le sostanze aggiunte che potrebbero essere responsabili dell'attività parassita, unitamente ad una descrizione della natura chimica delle stesse. Dall'analisi della natura chimica si potrebbero escludere come responsabili del processo parassita il BYK 346 e l' Airex 902 (in quanto si tratta di polietere modificati con polisilossano o con silice, composti elettrochimicamente non attivi). Anche il BYK 1640 potrebbe essere

escluso in quanto trattasi di materiale polimerico, difficilmente solubile nell'elettrolita e con scarse proprietà elettrochimiche. Le sostanze potenzialmente indicate come responsabili del processo parassita rimangono l'Antiterra 250 (in quanto sale di un alchilammonio il quale potrebbe scambiare con il sale di litio presente nell'elettrolita e subire processi di ossidoriduzione a livello del gruppo alcolico), il BYK 7420 in quanto l'urea è elettrochimicamente attiva, e il DISPERBYK 2012 in quanto presenta gruppi affini ai pigmenti i quali parimenti potrebbero subire reazioni di ossidoriduzione.

Tabella 9. Elenco delle sostanze utilizzate per la preparazione degli elettrodi e loro descrizione chimica. Le sostanze potenzialmente implicate nel processo parassita sono asteriscate.

Componente	Natura chimica
Antiterra 250*	Sale di alchilammonio di un polimero acido ad alto peso molecolare
BYK 346	Polietere-modificato polysilossano
BYK 7420*	Urea modificata
DISPERBYK 2012*	Copolimero con gruppi affini ai pigmenti
Airex 902	Silossano polietere, copolimero, contenente silice pirogenica
BYK 1640	Particelle di poliamide e polimeri altamente ramificati

Al fine di individuare gli additivi o i plastificanti che interferiscono nelle reazioni elettrochimiche delle batterie $\text{LiFePO}_4/\text{Li}$, gli elettrodi costituiti da EVA/Carbone sono stati analizzati mediante voltammetria a scansione lineare. Questa metodica permette di misurare l'intensità di corrente all'interno di una cella elettrochimica al variare della finestra di potenziale. Se gli additivi aggiunti in soluzione insieme all'elettrolita sono specie elettrochimicamente attive, quindi in grado di ossidarsi o ridursi, partecipano attivamente alle reazioni all'interno della cella permettendo il passaggio della corrente elettrica. Dal variare della corrente elettrica, è stato possibile, determinare quale degli additivi/plastificanti è capace di interferire nel processo elettrochimico. L'elettrodo costituito da EVA e Carbone è stato testato osservando la variazione di corrente in funzione dell'incremento di potenziale. Prima della prova è stato aggiunto ogni singolo additivo utilizzato nelle stese catodiche, all'elettrolita LP30. In assenza di additivi nell'elettrolita, in un range di potenziale compreso tra 3.2 V (potenziale iniziale dell'elettrodo) e 4.5 V (valore limite impostato), i valori massimi di corrente raggiunti sono di circa 25 μA (Fig. 34).

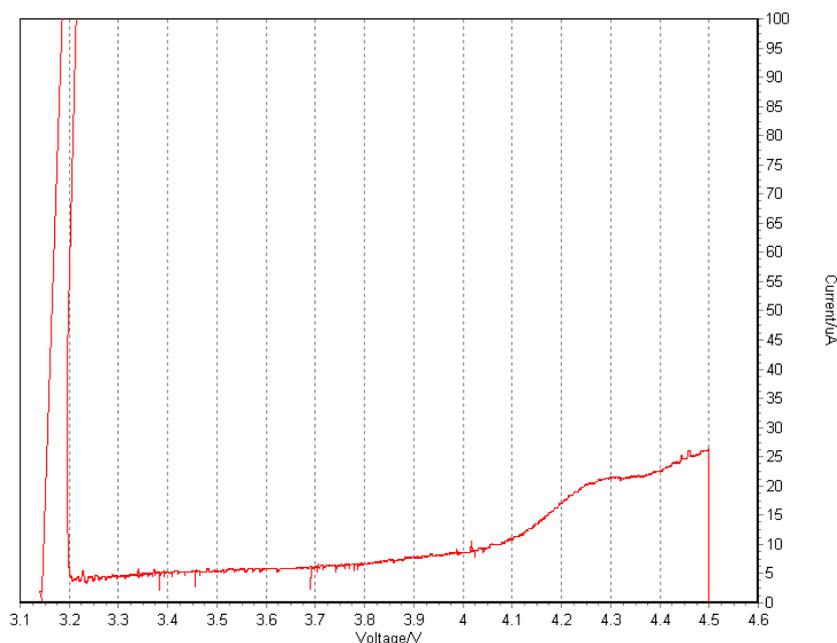


Figura 34. Voltammetria dell'elettrodo EVA/Carbone con aggiunta dell'elettrolita LP30.

L'aggiunta del plastificante PEG 600 nell'elettrolita all'elettrodo EVA/Carbone, ha determinato una lieve diminuzione della corrente: il valore raggiunto è 20 μA (Fig. 28).

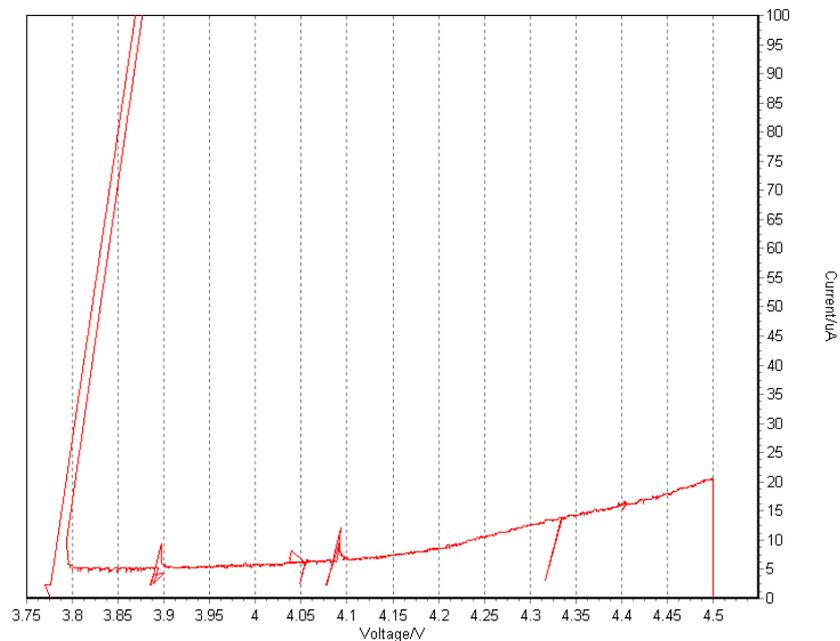


Figura 35. Voltammometria dell'elettrodo EVA/Carbone con aggiunta del PEG 600 nell'elettrolita LP30.

Anche l'aggiunta di alcune gocce del plastificante Triacetina nell'elettrolita all'elettrodo EVA/Carbone, non ha generato un aumento della corrente: il valore raggiunto è 20 μA (Fig. 36).

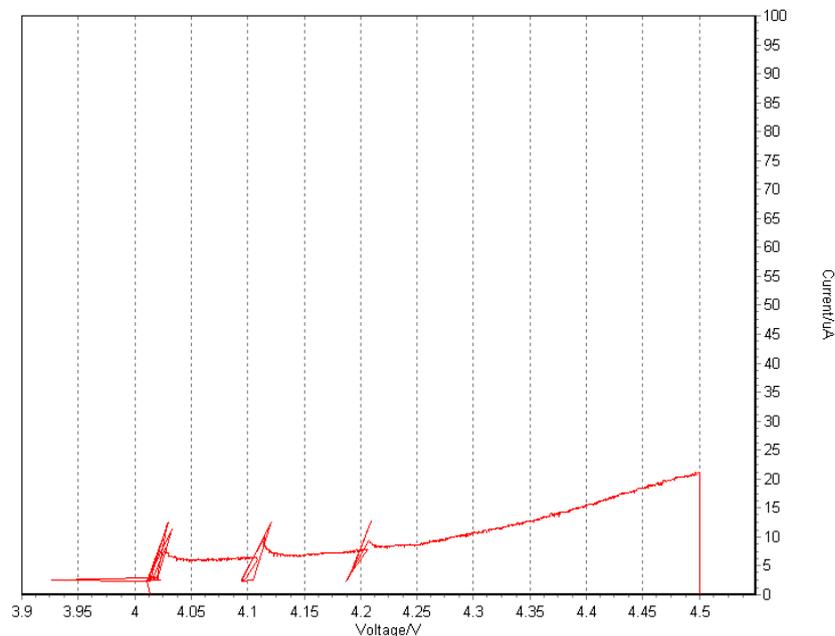


Figura 36. Voltammometria dell'elettrodo EVA/Carbone con aggiunta della Triacetina nell'elettrolita LP30.

L'aggiunta dell'additivo Antiterra ha invece generato un aumento della corrente fino a valori di 110 μA (Fig. 37).

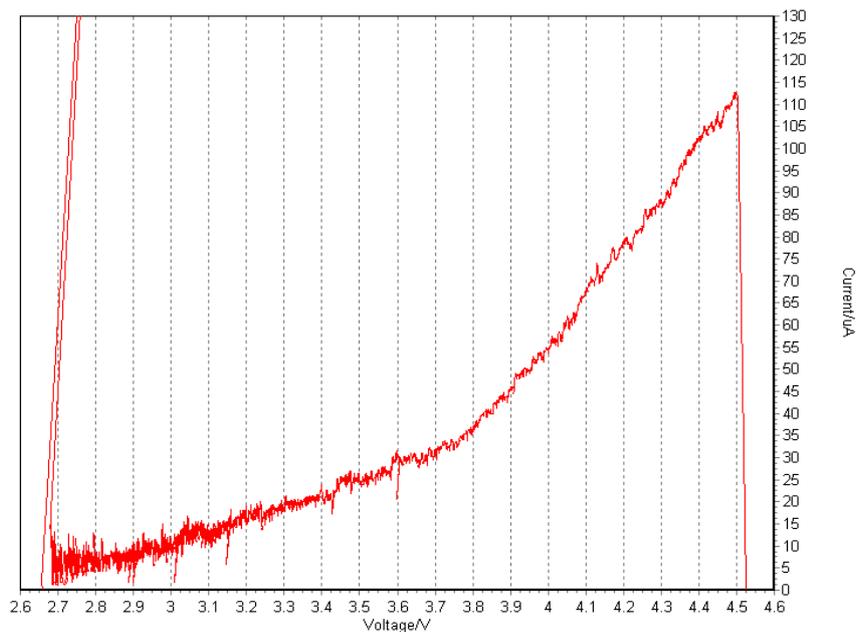


Figura 37. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta dell' Antiterra nell'elettrolita LP30.

La presenza del disperdente BYC 346 nell'elettrolita non ha provocato alcuna variazione della corrente contrariamente al BYC 7420. I valori raggiunti sono di 20 µA e 35 µA, rispettivamente, come mostrato in Fig. 38 e Fig. 39.

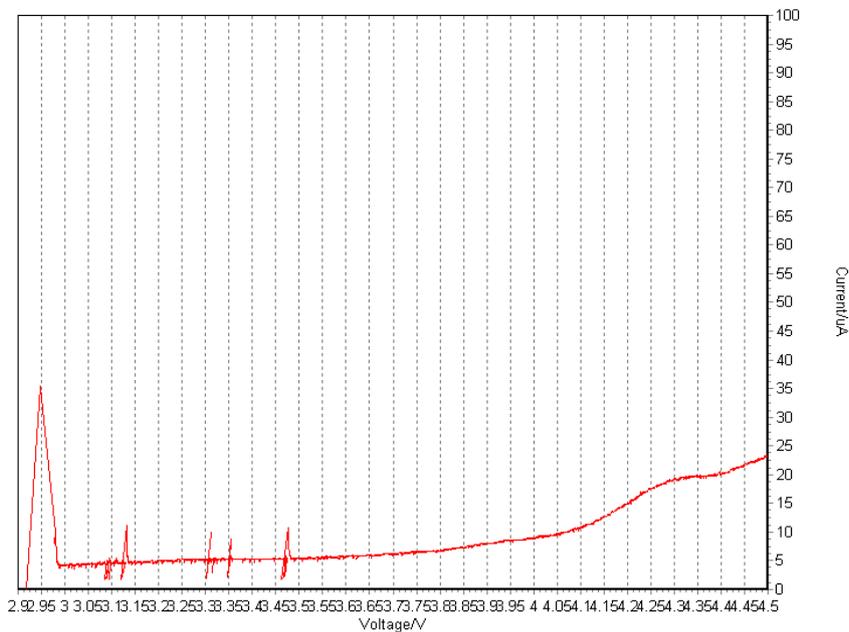


Figura 38. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta del disperdente BYC 346 nell'elettrolita LP30.

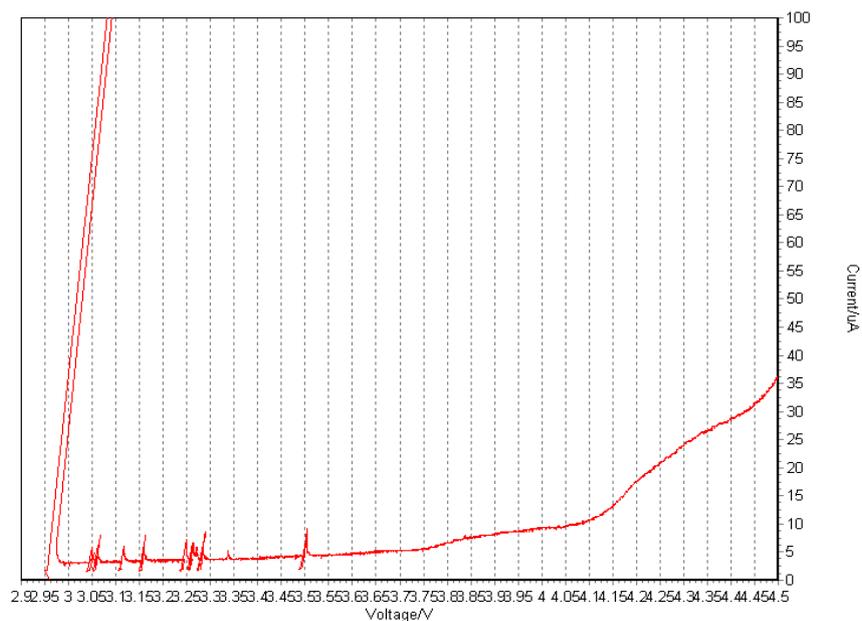


Figura 39. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta del disperdente BYC 7420 nell'elettrolita LP30.

È stato osservato un evidente aumento di corrente aggiungendo il disperdente BYC 2012. I valori di corrente sono di circa 480 μA (Figura 40).

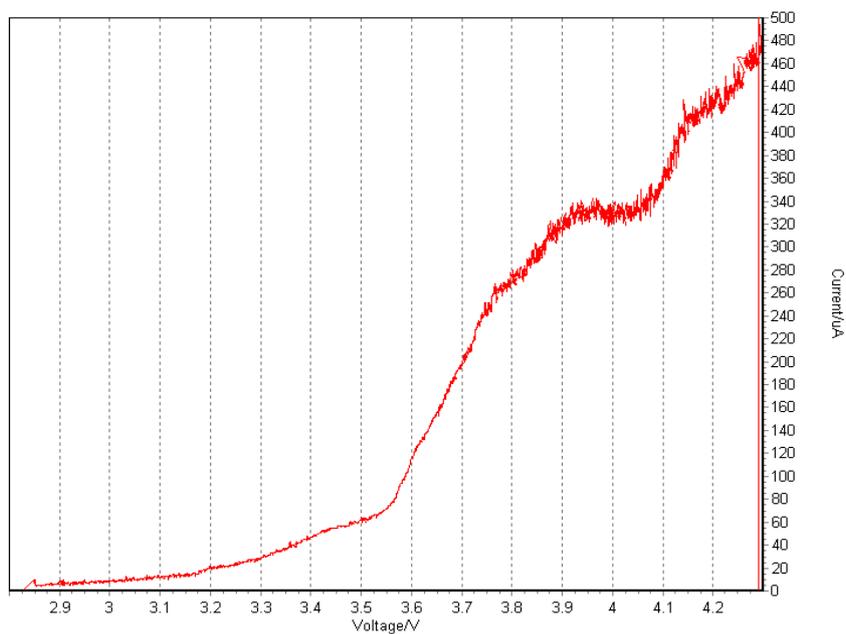


Figura 40. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta del disperdente BYC 2012 nell'elettrolita LP30.

L'aggiunta dell'additivo antischiuma Airex ha provocato un aumento della corrente a valori di 70 μA (Figura 41).

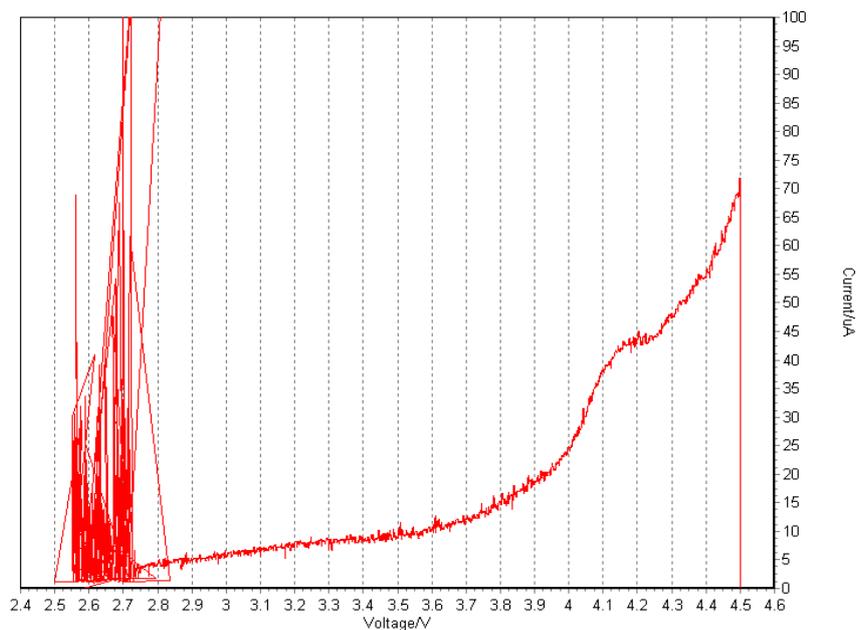


Figura 41. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta dell'additivo Airex nell'elettrolita LP30.

Inoltre, è stato osservato un aumento della corrente a 40 µA anche per il disperdente BYC 1640 (Figura 42).

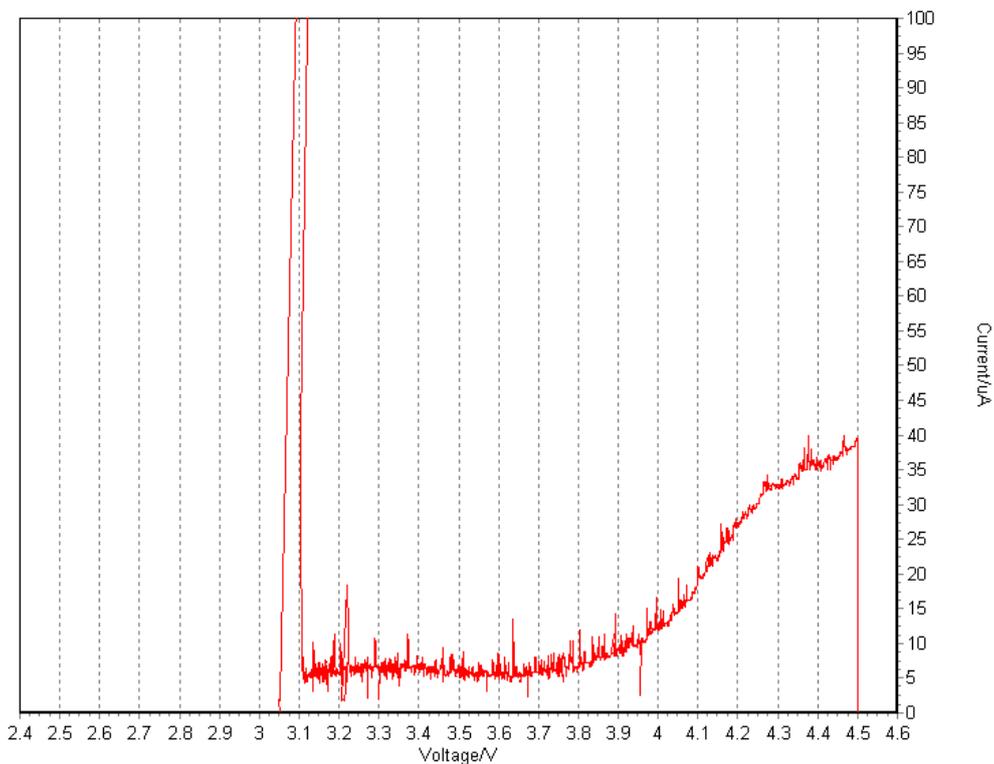


Figura 42. Voltammetria dell' elettrodo EVA/Carbone con aggiunta del disperdente BYC 1640 nell'elettrolita LP30.

4 Conclusioni

Nella Figura 43 sono mostrate sovrapposte tutte le scansioni di voltammetria relative a ciascuno degli additivi analizzati. Risulta pertanto evidente come i plastificanti PEG 600 (linea nera) e Triacetina (linea verde) e il disperdente BYC 346 (linea celeste) hanno comportato una diminuzione della corrente rispetto all'aggiunta del solo elettrolita LP 30 (linea rossa). Osserviamo, invece, un crescente aumento della corrente, indicando un'attiva partecipazione elettrochimica delle specie aggiunte: BYC 7420 (linea magenta), BYC 1640 (linea marrone), Airex (linea grigia), Antiterra (linea viola), BYC 2012 (linea grigio scuro).

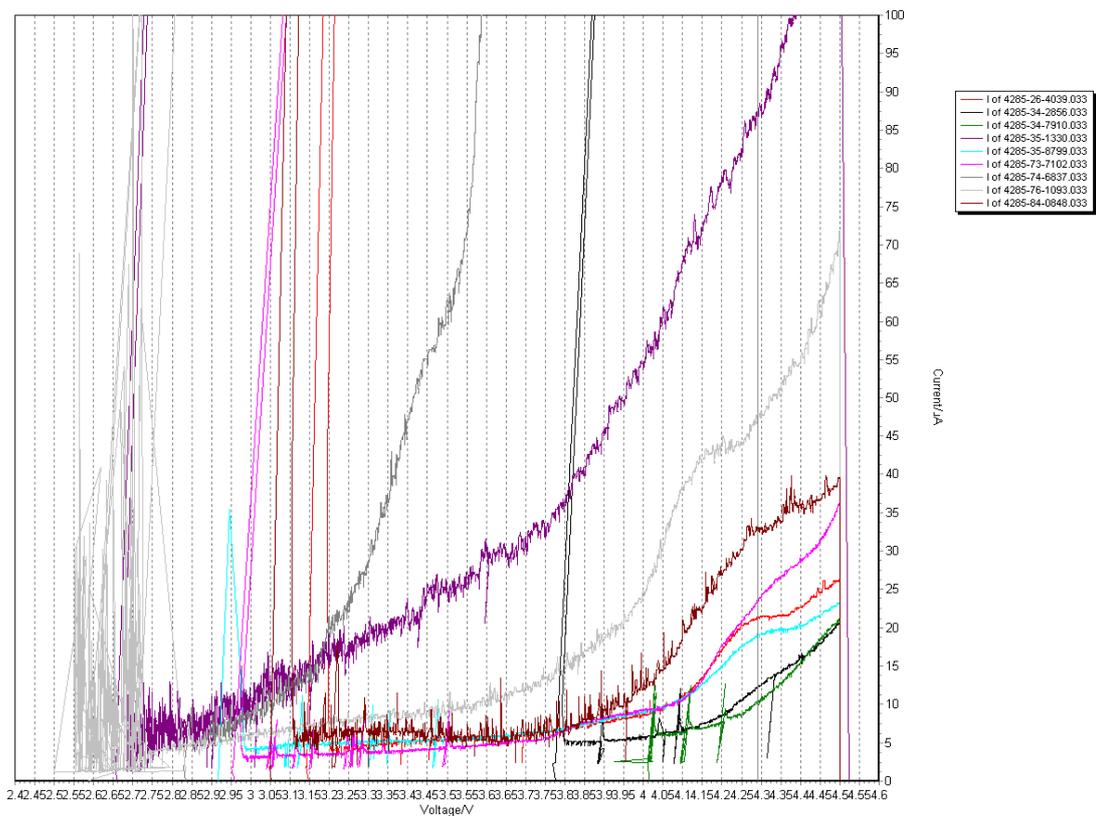


Figura 43. Sovrapposizione delle curve voltammetriche. La curva in rosso si riferisce al solo elettrolita LP30.

La tabella seguente riporta i vari additivi: in giallo sono indicati gli additivi permessi, in bianco quelli sospetti di produrre una reazione indesiderata ed in rosso quelli proibiti. Il segno "meno" e quello "più" indicano che la corrente registrata è rispettivamente minore o superiore rispetto a quella osservata con il solo elettrolita.

Tabella 10. Additivi consentiti (in giallo), additivi possibili (in bianco) e additivi da evitare (in rosso).

PEG 600	-
Triacetina	-
Antiterra 250	X
BYK 346	-
BYK 7420	+
DISPERBYK 2012	X
Airex 902	X
BYK 1640	+

Dalla tabella si evince che una stesa che potrebbe funzionare dovrebbe contenere solo i seguenti additivi: PEG, Triacetina e BYK 346. L'uso del BYC 7420 e BYC 1640 potrebbe essere parzialmente tollerato. Occorre assolutamente evitare l'Airex, l' Antiterra e il BYC 2012.

5 Riferimenti bibliografici

1. G. Howatt, R. Breckenridge, Fabrication of Thin Ceramic Sheets for Capacitors, J. Brownlow, J. Am. Ceram. Soc., **30**, 237 (1947).
2. G. N. Howatt, Method of Producing High-Dielectric High-Insulation Ceramic Plates, US Patent 2582993

6 Allegati

In allegato si riportano le schede tecniche e di sicurezza dei materiali e degli additivi utilizzati per preparare le stese elettrodiche:

1. Vinavil EVA 06E
2. Carbon Black Timcal Ensaco
3. PEG 600 CARBOVAW
4. Triacetina
5. Airex 902
6. BYK 7420
7. Antiterra 250
8. BYK 346
9. BYK 1640
10. DISPERBYK 2012

VINAVIL E06 PA

06P005 - 12/09

P 1 - 2

VINAVIL E06 PA is a vinyl acetate - ethylene redispersible powder. Thanks to its high ethylene content VINAVIL E06 PA is characterized by a high flexibility, even at low temperature, and by a good alkali resistance. These properties are transferred to its compounds.
VINAVIL E06 PA is manufactured by spray drying a copolymer dispersion under carefully defined conditions. Anti-caking agents are incorporated to make sure that powder properties are maintained during storage and processing.
VINAVIL E06 PA should be mixed with dry products and stored in water resistant package.
On contact with water and under the action of mechanical shear, VINAVIL E06 PA produces a stable dispersion which properties are comparable to those of the original dispersion.

	Unit	Value	Method
1. SUPPLY SPECIFICATIONS			
Humidity	%	1 max	MVPF 09
2. TYPICAL VALUES			
Density at 23°C	kg/dm ³	0.45±0.05	MVPF 18
Protective colloid		polyvinyl-alcohol	
Ash content	%	11±2	MVPF 26
Glass transition temperature	°C	15	MVANS 01
Residue > 500 µm		<0.5	MVPF 24
3. REDISPERSION CHARACTERISTIC AT 50%			
Minimum film-forming temperature	°C	0	UNI 8490-14
Brookfield viscosity	(1) mPa.s	< 1000	UNI EN ISO 2555
pH		5.0±0.5	ISO 976

(1) RVT, 23°C, 20 rpm, spindle 1

APPLICATIONS

VINAVIL E06 PA is a very versatile copolymer powder; it provides high levels of performance in cement and gypsum based application, as well as in non-hydraulic products. VINAVIL E06 PA is an ideal redispersible powder in situation where a multi-purpose product is required.
VINAVIL E06 PA improves substrate adhesion flexural strength and freeze-thaw resistance.
VINAVIL E06 PA when used in repair mortars, increases adhesive and cohesive strengths for greater durability and abrasion resistance.
VINAVIL E06 PA can be used in the adhesive mortar, plaster and exterior insulation finish systems (EIFS).
VINAVIL E06 PA is particularly indicated for the formulation of gypsum plasters, since it improves water resistance, flexural strength and mechanical resistance of finite products.
In joint compounds VINAVIL E06 PA increases the flexibility, in order to tolerate greater substrate movement before cracking occurs.
VINAVIL E06 PA allows to increase the water retention, an aspect which is very important for thin section mortar application on an absorbing support.

Data, information and suggestions are provided for guidance purpose only. VINAVIL S.p.A. accepts no responsibility for the results obtained therefrom, nor for their utilization in infringement of possible patent rights.
The analytical methods are available on request.



VINAVIL E06 PA

06P005 - 12/09

P 2 - 2

PACKAGING

VINAVIL E06 PA is available in 25 Kg paper bags with polyethylene liners and Big Bag of 600 and 1000 Kg.

STORAGE

VINAVIL E06 PA should be stored in its original packaging in a cool dry place with temperature below 30°C.

Excessive pressure can cause VINAVIL E06 PA to cake under prolonged storage. It is recommended to use VINAVIL E06 PA within six months of delivery.

Data, information and suggestions are provided for guidance purpose only. VINAVIL S.p.A. accepts no responsibility for the results obtained therefrom, nor for their utilization in infringement of possible patent rights. The analytical methods are available on request.

TECHNICAL DATA SHEET

April 2014

ENSACO® 250G TIMCAL Carbon Black

Conductive carbon black

General Characteristics

Formula: Carbon
Aspect: Fine black powder
CAS number: 1333-86-4

Standard Packaging

10 kg PE bags, 48 bags on one pallet (480 kg)
10 kg dispersible PE bags, 48 bags on one pallet (480 kg)
250 or 500 kg PP big bags, 500 kg on one pallet

Guaranteed Values

<i>Property</i>	<i>Test Method</i>	<i>Unit</i>	<i>Value</i>
Volatile Content (1)	Internal Method 02	%	0.2 max
Toluene Extract	ASTM D4527-99	%	0.1 max
Volume Resistivity (2)	Internal Method 11	Ohm.cm	10 max

Typical Values

<i>Property</i>	<i>Test Method</i>	<i>Unit</i>	<i>Value</i>
BET Nitrogen Surface Area	ASTM D3037-89	m ² /g	65
OAN (Oil Absorption Number)(3)	ASTM D2414-01	ml/100 g	190
COAN (Crushed OAN)(3)	ASTM D3493-01	ml/100 g	104
Moisture (as packed)	ASTM D1509-95	%	0.1
Pour Density	ASTM D1513-99	kg/ m ³	170
Sieve Residue 325 mesh/45 µm	ASTM D1514-01	ppm	2
Ash Content	ASTM D1506-99	%	0.01
Sulphur	ASTM D1619-03	%	0.02
pH	ASTM D1512-95	-	10

(1) Weight loss during heating between 105 and 950°C

(2) 25% carbon black in HDPE

(3) Spring: 0.9 lbs/inch, 10 g of carbon black

Technical Data Sheet

CARBOWAX™ Polyethylene Glycol (PEG) 600

Product	CAS # 25322-68-3
Description	CHEMICAL FAMILY – Oxyalkylene Polymer CFTA NOMENCLATURE – PEG-12

Typical Physical Properties – CARBOWAX™ PEG 600 □'□

Range of Avg. Molecular Weight	570 - 630
Range of Average Hydroxyl Number, mg KOH/g	178 - 197
Density, g/cm ³ @ 20°C	1.1258
Melting or Freezing Range, °C	15 - 25
Solubility in Water at 20°C, % by wt	Complete
Viscosity at 100°C, cSt	10.8
Average Number of Repeating Oxyethylene Units	13.2
Avg. Liquid Specific Heat, cal/g/°C	0.51
Heat of Fusion, Cal/g	35
pH at 25°C, 5% Aqueous Solution	4.5 - 7.5
Flash Point, Pensky Martens Closed Cup, °C	238
Flash Point, Cleveland Open Cup, °C	274
Physical Form	Liquid
Weight per gallon, lbs/gal @ 20°C	9.39

1. Typical properties, not to be construed as specifications

Typical Known Applications for Polyethylene Glycols*

- Adhesives
- Ceramic Glaze
- Chemical Intermediates
- Food Packaging
- Inks
- Lubricants
- Mold Release Agent
- Plasticizer
- Wood Treatment

*Refer to the CARBOWAX™ Polyethylene Glycols and Methoxypolyethylene Glycols brochure (Form No. 118-01789-1011) for more specific application information

FDA Status CARBOWAX™ Polyethylene Glycols are produced to meet the requirements for use under Food Additive Regulations for indirect use as components of articles intended for use in contact with food. It is the responsibility of the user of CARBOWAX™ PEGs and MPEGs to read and understand all current applicable FDA and EPA regulations, as well as any other applicable regulations.

Product Stewardship Dow encourages its customers and potential users to review their applications from the standpoint of human health and environmental aspects. To help ensure that Dow products are not used in ways for which they are not intended or tested, Dow personnel will assist customers in dealing with environmental and product safety considerations. Dow literature, including material Safety Data Sheets, should be consulted prior to the use.

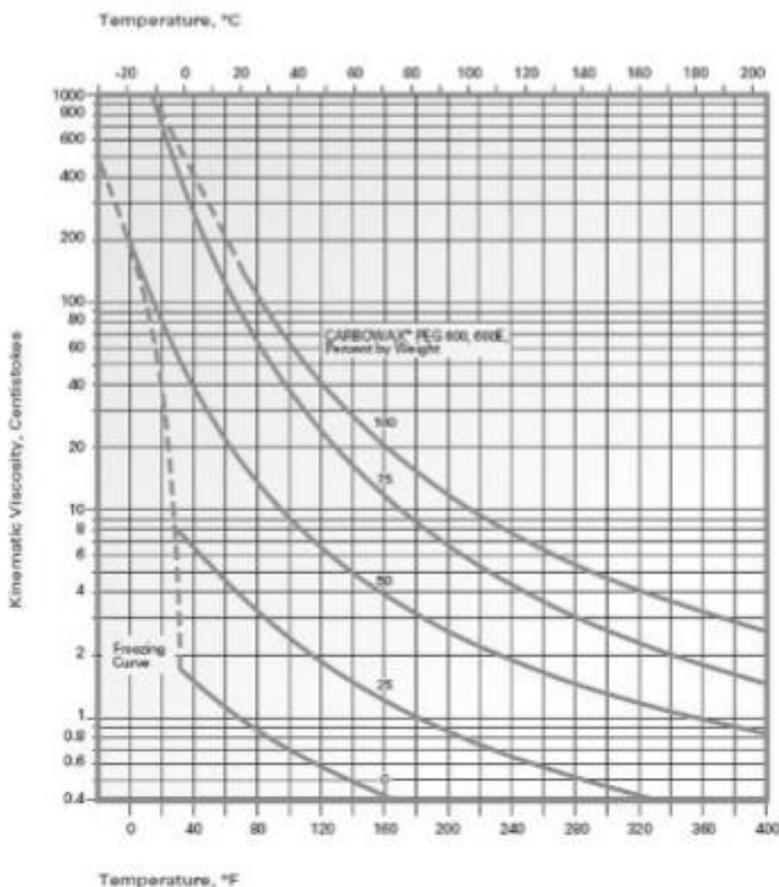


*TM Trademark of The Dow Chemical Company ("Dow") or an affiliated company of Dow

Form No. 118-01800-1211

Technical Data Sheet

Kinematic Viscosity of Aqueous Solutions of CARBOWAX™ Polyethylene Glycol 600



For further information, call...

In the United States and Canada: 1-800-447-4369 • FAX: 1-989-832-1465

In Europe: +800 3 694 6367 • FAX: +31 11567 4704

In the Asia Pacific: +800 7776 7776 • FAX: +800 7779 7779

In Latin America: +55 11 5188 9000 • FAX: +55 11 5184 8790

www.carbowax.com

NOTICE: No freedom from any patent owned by Seller or others is to be inferred. Because use conditions and applicable laws may differ from one location to another and may change with time, Customer is responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace and disposal practices are in compliance with applicable laws and other governmental enactments. Seller assumes no obligation or liability for the information in this document. NO WARRANTIES ARE GIVEN; ALL IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE ARE EXPRESSLY EXCLUDED.
Published December 2011



®™ Trademark of The Dow Chemical Company ("Dow") or an affiliated company of Dow

Form No. 118-01800-1211

Triacetin

Chemical composition:	Glyceryl triacetate
CAS reg. no.:	102-76-1
Supply form:	water-clear liquid
Health and safety information:	Relevant safety data, information and labelling requirements can be found in Safety Data Sheet no. 033492.

Specified properties:

Property	Nominal value	Unit	Test method
Refractive index n_{D20}	1,4305 – 1,4325	-	DIN EN ISO 6320 (method based on)
Free acetic acid	max. 30	ppm	DIN ISO 2114 (method based on)
Hazen colour	max. 15	-	DIN ISO 6271
Water content	max. 0.1	%	DIN 51 777

Additional product information:

Property	Typical value	Unit	Test method
Density at 20 °C	approx. 1.155	g/cm ³	DIN 51 757
Viscosity at 20 °C	approx. 23	mPas	DIN 53 015
Saponification value	approx. 770	mg KOH/g	DIN 53 401
Flash point, open cup	approx. 140	°C	ISO 2592
Boiling point at 13 hPa	approx. 140	°C	DIN 53 171

Product description

Triacetin is a clear, colourless acetate ester used for example in the manufacture of cigarette filters. Triacetin is also used for plasticising NBR and cellulose derivatives.

Storage stability

Under suitable conditions, Triacetin can be stored for one year.
Triacetin can be stored in a stainless steel tank (V4A; material no. 1.4571 [AISI 316TI]).

Solubility

Triacetin is readily soluble in aromatic hydrocarbons and most organic solvents. It is insoluble in aliphatic hydrocarbons, mineral oils, and vegetable and animal oils. Solubility in water is low.

Packaging

Road tankers
230 kg drums

General properties

The major features of Triacetin are :

- excellent suitability for the solidification of acetyl cellulose fibres for the manufacture of cigarette filters
- very good dissolving power for a number of organic substances
- good plasticising effect for various plastics such as celluloseacetates or celluloseacetobutyrate
- good plasticising effect for cellulose-based paints
- good compatibility with natural and synthetic rubber
- good light resistance

Applications

Triacetin is used for the solidification of acetyl cellulose fibres in the manufacture of cigarette filters. The water content must be kept constant to achieve constant solidification.
Triacetin is also used as a support for flavourings and essences in the food industry and as a plasticiser for chewing gum.
In technical applications, Triacetin is used for example as a core sand binder in the metal foundry sector. Another application is inks and printing inks. Triacetin is used as a highly-effective plasticiser for cellulose-based plastics.

The above formulation is intended solely as a guide for our business partners and others interested in our products. As the conditions of use and application of the suggested formulation are beyond our control, it is imperative that it be tested to determine, to your satisfaction, whether it is suitable for your intended use(s) and application(s). This application-specific analysis at least must include testing to determine suitability from a technical, as well as health, safety and environmental standpoints. Further, although the ingredients, quantities thereof and properties of compounds or finished goods mentioned herein reflect our recommendation at the time of publication, this guide may not be subject to continuous review and/or updating, and you agree that use is undertaken at your sole risk. All information is given without warranty or guarantee, and it is expressly understood and agreed that you assume, and hereby expressly release us from, all liability, in tort, contract or otherwise, incurred in connection with the use of this guide.

This information and our technical advice - whether verbal, in writing or by the way of trials - are given in good faith but without warranty, and this also applies where proprietary rights of third parties are involved. Our advice does not release you from the obligation to check its validity and to test our products as to their suitability for the intended processes and uses. The application, use and processing of our products manufactured by you on the basis of our technical advice are beyond our control and, therefore, entirely your own responsibility. Our products are sold in accordance with the current version of our General Conditions of Sale and Delivery.

Lanxess, D-51369 Leverkusen
Functional Chemicals High Performance Additives Plastic Additives

PLASTIC ADDITIVES

Technical Information
2010-09-08, Page 2 of 2



BYK-7420 ES

Liquid rheology additive for aqueous and water-reducible coating systems for improving anti-sagging and anti-settling properties. The additive is also especially suited for manufacturing aqueous pigment concentrates. BYK-7420 ES creates thixotropic flow behavior. Post-addition is possible.

Product Data

Composition

Solution of a modified urea

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Active substance: 40 %
Density (20 °C): 1.10 g/ml
Solvents: Amide ester
Flash point: > 120 °C

Food Contact Legal Status

For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Storage and Transportation

Product is hygroscopic. Store dry. Minor cloudiness of the material that occurs during storage has no influence on the rheological effectivity.

Special Note

We recommend using BYK-7410 ET and BYK-7411 ES for medium and low-polarity, non-aqueous systems.

Applications

Coatings Industry

Special Features and Benefits

After being stirred into the coating system, the additive generates a three-dimensional network structure. The resulting thixotropic flow behavior is highly suited for preventing sedimentation and syneresis and increasing the anti-sagging properties without impairing leveling. The additive is liquid and therefore easy to handle. It is not necessary to specifically adjust the pH value or control the temperature during incorporation.

Recommended Use

BYK-7420 ES is preferably used as an anti-settling additive to produce aqueous pigment, filler and matting agent concentrates. The additive's excellent shear thinning effect is advantageous for dosing because of its low viscosity. In addition, it is suitable for controlling the thixotropic flow behavior and for optimizing the anti-sagging properties and leveling.

BYK-7420 ES

Data Sheet
Issue 09/2014

Recommended Levels

0.3-1.5 % additive (as supplied) based on the total formulation to prevent settling.

0.3-3 % additive (as supplied) based on the total formulation to prevent sagging.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

Addition into the millbase ensures optimum distribution and therefore the best possible effectiveness and reproducibility in applications. It is not necessary to specifically control the temperature or adjust the pH value. The additive is also suitable for retroactively adjusting the viscosity by incorporating it as a post-additive. If the use as a post-additive causes the product to appear non-homogeneous, typical co-solvents can be used to improve the homogeneity.

Special Note

As the additive contains chloride ions, we recommend testing the corrosion properties of the manufactured coatings for contact with metal and to store the coatings in plastic containers or containers with interior coating to prevent corrosion in metal containers. In the cured film coating, however, no negative impact on its corrosion protection has been found.



Additive Guide

BYK-Chemie GmbH
P.O. Box 10-0245
46462 Wesel
Germany
Tel: +49 281 670-0
Fax: +49 281 65735

info@byk.com
www.byk.com

ANTI-TERRAP® BYK® BYK-DYNAMET® BYK-SILCLEAN® BYGANCE® BYKETOLO® BYKETS® BYKOPLAST® BYKUMEM® CARBOBYK® DISPERBYK® DISPERPLAS® LACTIMON® NANOBYPK® PUREBYK® SILBYK® VISCORBYK® and Greenability® are registered trademarks of BYK-Chemie. ACTAL® ADJUST® ADVITROL® ASTIBLEN® BERTOLITE® CLAYTON® CLOSITE® FULACOLOR® FULCAT® GABAMITE® GEWIBITE® LAPONITE® MINERAL COLLOID® OPIBENT® OPTIFLO® OPTIGEL® PURE TID® BIRÉON® RHEOID® RC-SYN® TIXOGEL® and VISCOSCAL® are registered trademarks of BYK Additives. AQUACER® AQUAMAT® AQUATON® CERACOL® CERAFAX® CERAFLOUR® CERAMAT® CERATON® HORDAMER®, and MINERPOL® are registered trademarks of BYK-Cesa. SCOM® is a registered trademark of BYK Kometa.

The information herein is based on our present knowledge and experience. The information merely describes the properties of our products but no guarantee of properties in the legal sense shall be implied. We recommend testing our products as to their suitability for your envisaged purpose prior to use. No warranties of any kind, either express or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, are made regarding any products mentioned herein and data or information set forth, or that such products, data or information may be used without infringing intellectual property rights of third parties. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments.

This issue replaces all previous versions. – Printed in Germany

ANTI-TERRA-250

Additivo bagnante e disperdente a flocculazione controllata, previene ed evita la sedimentazione di cariche minerali e di pigmenti inorganici in sistemi vernicianti a base acqua, tipo i primer e i fondi riempitivi, gli adesivi e i sigillanti a base acqua. Adatto per sviluppare paste concentrate "slurry" a base di cariche minerali.

Dati sul prodotto

Composizione

Soluzione di un sale di alchilammonio di un polimero acido ad alto peso molecolare

Dati tecnici

I valori indicati in questo bollettino descrivono le proprietà tipiche del prodotto e non sono vincolanti ai fini delle specifiche di fornitura.

Valore amminico:	41 mg KOH/g
Valore acido :	46 mg KOH/g
Densità (20 °C):	1,07 g/ml
Sostanze non volatili (10 min., 150 °C):	70 %
Solventi:	acqua

Stato legale dei prodotti a contatto con alimenti

Per l'aggiornamento dello stato legale dei prodotti si prega di rivolgersi al nostro reparto addetto alla sicurezza dei prodotti o di visitare il nostro sito www.byk.com.

Stoccaggio e trasporto

Nello stoccaggio e nel trasporto a temperature inferiori a 0 °C possono verificarsi separazione o torbidità. Riscaldare a 20 °C e miscelare bene.

Dati sull'applicazione

Vernici per l'industria

Proprietà e vantaggi

Nel prodotti vernicianti a base acqua, l'additivo agisce mediante flocculazione controllata dei pigmenti, impedendone l'affioramento verticale e orizzontale, evitando la sedimentazione e la colatura. La proprietà tissotropica viene aumentata. A causa del meccanismo della flocculazione controllata, l'additivo potrebbe causare una lieve perdita della brillantezza.

Consigli di impiego

Vernici decorative	<input checked="" type="checkbox"/>
Vernici per l'industria	<input checked="" type="checkbox"/>
Sistemi anticorrosivi	<input checked="" type="checkbox"/>
Vernici per automobili	<input type="checkbox"/>
Finitura delle pelli	<input type="checkbox"/>

eccellente buono

ANTI-TERRA-250

Bolettino tecnico
Edizione 01/2013

Quantità consigliate

% di additivo (come fornito) sul pigmento

Pigmenti inorganici: 5-10 %
Biossido di titanio: 1,5-3 %
Cariche minerali: 1-1,5 %

I dosaggi raccomandati sono solo orientativi. Le quantità ottimali possono essere determinate con una larga serie di test di laboratorio.

Incorporazione e consigli d'uso

Per un risultato ottimale aggiungere l'additivo alla base di macinazione prima dei pigmenti.

Adesivi e sigillanti

Proprietà e vantaggi

In sistemi a base acqua l'additivo agisce mediante flocculazione controllata delle cariche e delle particelle. Riduce la viscosità dei sistemi carichi prevenendo sedimentazione e affioramento. La proprietà tissotropica viene aumentata.

Consigli di impiego

L'additivo è consigliato per tutti gli adesivi e sigillanti a base acqua.

Quantità consigliate

% di additivo (come fornito) sul pigmento

Pigmenti inorganici: 5-10 %
Biossido di titanio: 1,5-3 %
Cariche minerali: 1-1,5 %

I dosaggi raccomandati sono solo orientativi. Le quantità ottimali possono essere determinate con una larga serie di test di laboratorio.

Incorporazione e consigli d'uso

Per un risultato ottimale aggiungere l'additivo alla base di macinazione prima dei pigmenti.



BYK-Chemie GmbH
PO. Box 10 02 45
46462 Wiesel
Germany
Tel: +49 281 670-0
Fax: +49 281 65735

info@byk.com
www.byk.com/additives

ANTI-TERRA®, BYK®, BYK®-DYNWET®, BYK®-SICCLEAN®, BYKAMOL®, BYKETOL®, BYKDET®, BYKOPLAST®, BYKUMEN®, CARBOBYK®, DISPERSBYK®, DISPERSPLAST®, LACTIMON®, NANDBYK®, PAPERBYK®, SILBYK®, VISCOBYK® e Geesalinity® sono marchi registrati BYK-Chemie. AQUACER®, AQUAMAT®, AQUATR®, CERACOL®, CERAFAR®, CERAFLOUR®, CERAMAT®, CERATR®, HORDAMER® e MINERPOL® sono marchi registrati BYK-Cesa. SCORNA® è un marchio registrato BYK Kometa. Queste informazioni vengono fornite sulla base delle nostre conoscenze più aggiornate. Data la molteplicità delle formulazioni, delle condizioni produttive e d'impiego, tutti i dati sopra menzionati devono essere adattati alle circostanze d'utilizzo. Nessuna responsabilità per singoli casi, inclusa quella inerente a diritti brevettuali, può essere originata da tale fatto. La presente edizione sostituisce tutte le versioni precedenti - Stampato in Germania

BYK-346

Silicone surfactant for aqueous coatings, printing inks and overprint varnishes with strong reduction in surface tension resulting in significantly improved substrate wetting. No increase in surface slip. Solution of BYK-345.

Product Data

Composition

Solution of a polyether-modified polysiloxane

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Active substance:	52 %
Density (20 °C):	1.00 g/ml
Non-volatile matter (10 min., 150 °C):	45 %
Solvents:	Dipropylene glycol monomethylether (48 %)
Flash point:	81 °C

Food Contact Legal Status

For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Special Note

Solution of BYK-345. The difference between the amount of active substance and non-volatile matter is due to the synthesis-related excess of low molecular weight polyethers which is determined with our test method as part of the volatile content. The additive has long-term stability at pH 4 to 10. It requires a small amount of co-solvent in the formulation (approx. 5 % of the total solvent content) in order to avoid turbidity. The effectivity of the silicone surfactant is reduced in systems with higher co-solvent amounts. For these types of formulations we recommend the use of polysiloxanes such as BYK-333.

Applications

Coatings and Printing Inks

Special Features and Benefits

The additive provides a large decrease in surface tension in aqueous systems and therefore improves substrate wetting and leveling in particular. Foam stabilization does not occur or only very minimally and recoatability is not affected. The additive does not increase surface slip. If higher surface slip is desired, we recommend combining it with a polysiloxane such as BYK-333.

BYK-346

Data Sheet
Issue 02/2013

Recommended Use

The additive is recommended for all aqueous coatings, printing inks and overprint varnishes which contain a small proportion of organic co-solvent.

Recommended Levels

0.1-1 % additive (as supplied) based upon total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal dosage levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive is preferably added to the finished formulation. It can, however, be added at any stage during production.

BYK-Chemie GmbH
P.O. Box 10 02 45
46852 Wesel
Germany
Tel: +49 281 670-0
Fax: +49 281 65735
info@byk.com
www.byk.com/additives

AMBI-TERRA®, BYK®, BYK® DYNWET®, BYK® SECCLEAN®, BYKAMOL®, BYKETOL®, BYKDET®, BYKOPLAST®, BYKUMEN®, CARBONYL®, DISPERBYK®, DISPERBLAST®, LACTIMON®, NANORYL®, INFERBYK®, SILBYK®, VISCOPYK®, and Greenalinity® are registered trademarks of BYK-Chemie. AQUACER®, AQUAMAP®, AQUATR®, CERACOL®, CERAFARK®, CERAFLOUR®, CERAMAP®, CERATR®, FLODAMER®, and MINERPOL® are registered trademarks of BYK-Cesa. SCORNA® is a registered trademark of BYK Kometa. This information is given to the best of our knowledge. Because of the multitude of formulations, production, and application conditions, all the above-mentioned statements have to be adjusted to the circumstances of the processor. No liabilities, including those for patent rights, can be derived from this fact for individual cases. This issue replaces all previous versions – Printed in Germany

BYK-1640

Polymer-based, VOC- and silicone-free defoamer for aqueous coatings, printing inks, adhesives, paper coatings and construction chemicals. Optimum performance at the lowest dosage. Suitable for applications that come into contact with food.

Product Data

Composition

Defoamer formulation made of polyamide particles and highly branched polymers

VOC-free (< 1500 ppm)
Contains no alkylphenol
ethoxylates.

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Density (20 °C): 1.00 g/ml
Non-volatile matter (60 min., 105 °C): 62 %
Carrier: Water

Food Contact Legal Status

The additive is suitable for applications that come into contact with food. For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Storage and Transportation

To be stored and transported between 0 °C and 50 °C. Temperature-sensitive emulsion. If the storage temperature drops below or exceeds the recommended temperature, the product should be checked and, if necessary, re-emulsified at room temperature.

Applications

Coatings Industry

Special Features and Benefits

BYK-1640 is a very versatile defoamer for aqueous systems. The additive is particularly recommended for the production and application of emulsion paints and plasters within a PVC range of 30-85. The additive is free of silicones and mineral oil, and is especially suitable for VOC-free systems. BYK-1640 exhibits optimum performance at the lowest dosage, is stable to acids and alkalis, and can be used in the pH range 3-12. BYK-1640 can be used in aqueous OPVs and internal coatings (pigmented and clear coatings) in the can coatings field. The additive can also be post-added and shows very good compatibility. BYK-1640 has a spontaneous defoaming effect and is also suitable for preventing microfoam. In coil coating systems, BYK-1640 can be used both in the millbase and be post-added.

BYK-1640

BYK-1640

Data Sheet
Issue 07/2014

Recommended Use

Architectural coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Coil/Can Coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Protective Coatings	<input type="checkbox"/>

especially recommended recommended

Recommended Levels

0.05-0.5 % additive (as supplied) based on the total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be added at any time during production. Sufficient shear forces must be applied.

Adhesives & Sealants

Special Features and Benefits

BYK-1640 is a highly effective defoamer for all common dispersion adhesives, such as acrylic, polyurethane, and EVA dispersions. It inhibits foaming during both production and application. The product is free of silicones and mineral oil, and is especially recommended for VOC-free systems. It exhibits optimum performance at the lowest dosage, is stable to acids and alkalis, and can be used in the pH range 3-12.

Recommended Levels

0.05-0.5 % additive (as supplied) based on the total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be added at any time during production. Sufficiently high shear forces must be applied.

Paper Coatings

Special Features and Benefits

BYK-1640 is a highly effective defoamer for all common paper coatings. It defoams and simultaneously inhibits the formation of foam, both during production of the coating as well as during its application using various application methods, such as film or size press, blade or curtain coating. The product is free of silicones and mineral oil, and exhibits optimum performance at the lowest dosage. As a result of its approval for use in contact with food, BYK-1640 can also be used in paper coatings which are to come into contact with food.

Recommended Levels

0.05-0.5 % additive (as supplied) based on the total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be added at any time during production. However, the best effects will be achieved if the product is added to the paper coating early on.

Printing Inks

Special Features and Benefits

BYK-1640 is particularly suitable for aqueous printing inks, overprint varnishes, and aqueous, radiation-curable printing systems. As a result of its approval for use in contact with food, BYK-1640 can also be used in printing inks which are to come into contact with food.

Recommended Levels

0.2-1.0 % additive (as supplied) based on the total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

During incorporation, ensure sufficiently high shear forces are applied.

Construction chemicals

Special Features and Benefits

BYK-1640 is a highly effective defoamer when producing common plasticizers based on lignin and naphthalene sulfonate. The additive is free of silicones and mineral oil and offers an alternative to TIBP/TBP that does not require labeling. BYK-1640 exhibits optimum performance even at a low dosage.

Recommended Levels

0.1 % -0.3 % additive (as supplied) based on the total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be added at any time during production. Sufficiently high shear forces must be applied.

BYK-1640

Data Sheet
Issue 07/2014



BYK-Chemie GmbH
P.O. Box 10/02.45
46462 Wesel
Germany
Tel: +49 281 670-0
Fax: +49 281 65735
info@byk.com
www.byk.com

ANTI-TERRA®; BYK®; BYK-DYNATE®; BYK-SILCLEAN®; BYKANDOL®; BYK301®; BYK61®; BYKOPLAST®; BYKUMID®; CARBOBYK®; DISPERBYK®; DISPERPLAS®; LACTIMON®; MANDIBYK®; PUREBYK®; SILBYK®; VISCORBYK®; and Greenalloy® are registered trademarks of BYK-Chemie. ACIAR®; ADJUST®; ADMIT®; ASTERAB®; BENTOLITE®; CLAYTON®; CLOSITE®; FULACOLON®; FULCAT®; GARABITE®; GLUWHITE®; LAPONITE®; MINERAL COLLOID®; OPTIBOND®; OPTIFLO®; OPTIGEL®; PURE-THERM®; RHEOCOR®; RHEOTON®; IBC-SYN®; TROGEL®; and VISCOSOL® are registered trademarks of BYK Additives. AQUACER®; AQUAMAT®; AQUATON®; CERACOL®; CERAFAX®; CERAFLOUR®; CERAMAT®; CERATON®; HORDAMER®; and MINERPOL® are registered trademarks of BYK-Cosa. SCOM® is a registered trademark of BYK Kometa.

The information herein is based on our present knowledge and experience. The information merely describes the properties of our products but no guarantee of properties in the legal sense shall be implied. We recommend testing our products as to their suitability for your envisaged purpose prior to use. No warranties of any kind, either express or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, are made regarding any products mentioned herein and data or information set forth, or that such products, data or information may be used without infringing intellectual property rights of third parties. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments.

This issue replaces all previous versions – Printed in Germany

DISPERBYK-2012

Wetting and dispersing additive for aqueous coatings and printing inks. Particularly suited for grinds that contain binders (emulsions and water-reducible resins) as well as for binder-free pigment concentrates.

Product Data

Composition

Solution of a copolymer with pigment-affinic groups

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Amine value:	7 mg KOH/g
Acid value:	7 mg KOH/g
Density (20 °C):	1.06 g/ml
Non-volatile matter (20 min., 150 °C):	40 %
Solvents:	Water

Food Contact Legal Status

For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Storage and Transportation

Separation or turbidity may occur at temperatures below 5 °C. Warm to 20 °C and mix well.



Applications

Coatings and Printing Inks

Special Features and Benefits

Due to its broad compatibility with many aqueous binders, DISPERBYK-2012 is the first choice for grinds that contain binders. It stabilizes a multitude of pigments, primarily transparent and opaque organic pigments and carbon blacks. Also for binder-free grinds, it has versatile applications and the presence of amines, rheology additives, wetting agents and organic co-solvents in the millbase is not a problem. This high molecular weight additive improves color strength, transparency, gloss, and storage stability through steric stabilization. It has no influence on the stability of pH-sensitive systems and is therefore particularly recommended for use in formulations based on cationic binders. Furthermore, DISPERBYK-2012 is suitable for use in aqueous road marking paints.

DISPERBYK-2012

Data Sheet
Issue 03/2014

Recommended Use

Automotive coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Industrial coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Wood and furniture coatings	<input type="checkbox"/>
Architectural coatings	<input type="checkbox"/>
Leather coatings	<input type="checkbox"/>
Printing inks	<input type="checkbox"/>

especially recommended recommended

Recommended Levels

Amount of additive (as supplied) based on the pigment:

- Inorganic pigments: 5-30 %
- Titanium dioxides: 4-10 %
- Organic pigments: 50-100 %
- Carbon blacks: 100-230 %

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

For optimum performance, the additive must be incorporated into the millbase. In the case of grinds that contain binders, the resin and water should be pre-mixed and then gradually let the additive flow in while stirring. If the water-soluble binder requires neutralization, the amine should be added prior to the DISPERBYK-2012. In the case of binder-free grinds, simply pre-mix the water and additive. In all cases, only add the pigments when the additive has been thoroughly distributed.



BYK-Chemie GmbH
P.O. Box 10-02-45
46462 Wesel
Germany
Tel: +49 281 670-0
Fax: +49 281 65735

info@byk.com
www.byk.com/additives

ANTI-TERRA®, BYK®, BYK-DYNAMER®, BYK-SILCLEAN®, BYKANOL®, BYKETOL®, BYKIEP®, BYKOPRASP®, BYKUMEM®, CARBOBYK®, DISPERBYK®, DISPERPLAS®, LACTIMON®, MANDORYK®, PAPERBYK®, SILBYK®, VISCOBYK®, and Greenability® are registered trademarks of BYK-Chemie. ACTAL®, ADJUST®, ADVITROL®, ASTRABEN®, BENTOLITE®, CLAYTON®, CLOSITE®, FULACOLOR®, FULCAT®, GARAMITE®, GERWHITE®, LAPORTE®, MINERAL COLLOID®, OPTIBENT®, OPTIFLO®, OPTIGEL®, PURE THIN®, RHEOCIN®, RHEODIN®, RIC-SYN®, TIXOGEL®, and VISCOSEAL® are registered trademarks of BYK Additives. AQUACLEAR®, AQUAMAT®, AQUATOR®, CERACOL®, CERAFAR®, CERAFLOUR®, CERAMAT®, CERATON®, HORDAMER®, and MIREPOL® are registered trademarks of BYK-Ceca. SCOM® is a registered trademark of BYK Kometra.

The information herein is based on our present knowledge and experience. The information merely describes the properties of our products but no guarantee of properties in the legal sense shall be implied. We recommend testing our products as to their suitability for your envisaged purpose prior to use. No warranties of any kind, either express or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, are made regarding any products mentioned herein and data or information set forth, or that such products, data or information may be used without infringing intellectual property rights of third parties. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments.
This issue replaces all previous versions - Printed in Germany