

解决方案 | 电感耦合等离子体发射光谱法测定电池材料中金属元素含量

在锂电池的充放电循环过程中，由于铁等多种杂质元素的存在，常常导致材料晶体结构的缺陷、降低材料的储能容量，最终会严重影响电化学循环寿命和电池的安全性能。因此，准确测定锂电池中材料中的杂质元素含量就显得十分重要。

微量金属的测试一般在原子吸收分光光度计(AAS)或电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪(ICP-AES)上完成。但 AAS 测试中易受其他元素干扰严重，而且每次只能对一种元素进行测试，测试效率较低；而 ICP-AES，不仅同时进行多种元素的测试，而且具有很高的灵敏度和稳定性。同时，ICP-AES 不仅可用于痕量杂质元素测试，也可以用主元素如锰、锂、铁等含量的测试。本文根据 GB/T 30835-2014 《锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料》利用东西分析 ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪微波消解法建立测定电池材料中金属元素含量的方法，可供相关人员参考。

仪器设备与试剂

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪

微波消解仪；

盐酸；

高氯酸；

各种元素的标准物质。

实验条件

元素	波长 (nm)	RF 功率 (w)	载气流量 (L/min)	辅气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)
Li	610.3620	1000	0.80	0.00	13.4
P	213.6180				
K	766.4900				
Ca	396.8470				
Na	588.9950				
Mg	279.5530				
Cd	228.8020				
Co	238.8920				
Cr	267.7160				
Cu	324.7540				
Fe	259.9400				
Mn	257.6100				
Ni	231.6040				
Pb	220.3530				
Zn	213.8560				
Al	396.1520				

样品前处理

电池材料：准确称量 0.1 g 样品（精确至 0.0001g）于微波消解罐中，加

少量纯水润湿，缓慢加入 9.0 mL 盐酸，微波消解完成后将空白溶液和样品转移至聚四氟乙烯烧杯，分别加入 2ml 高氯酸，放至电热板上 170 °C 高温加热至体积小于 1ml，冷却后定容至 25 mL，过滤待测。

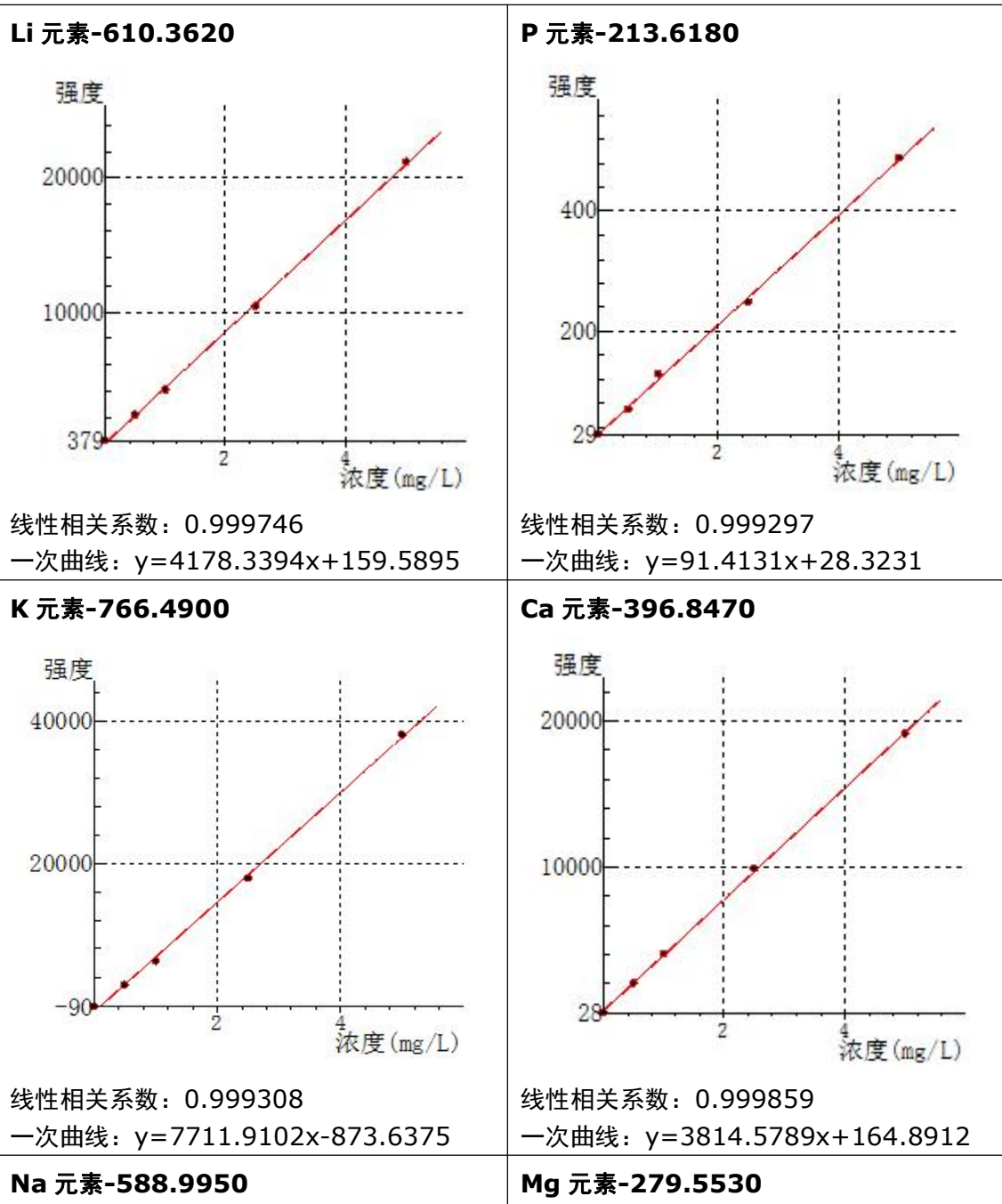
实验结果

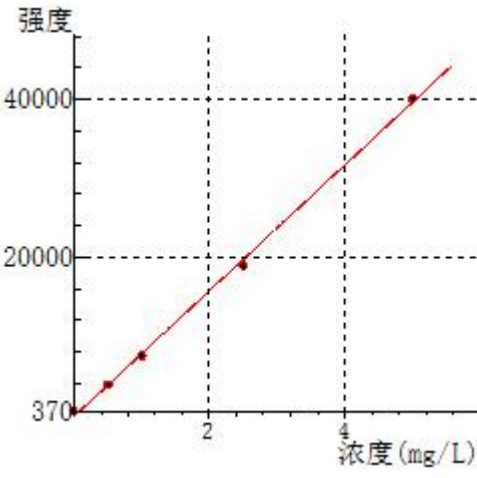
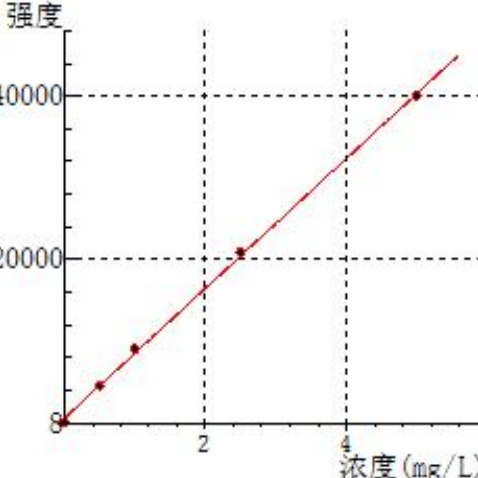
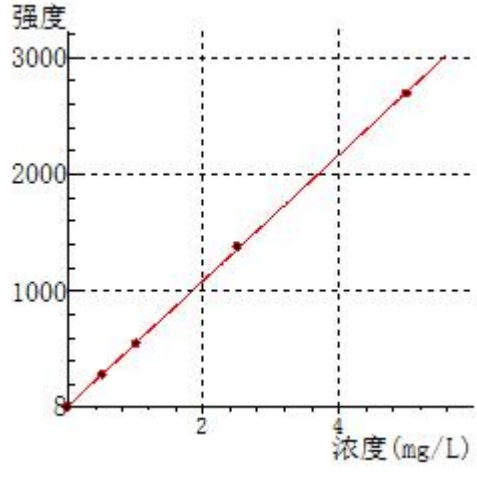
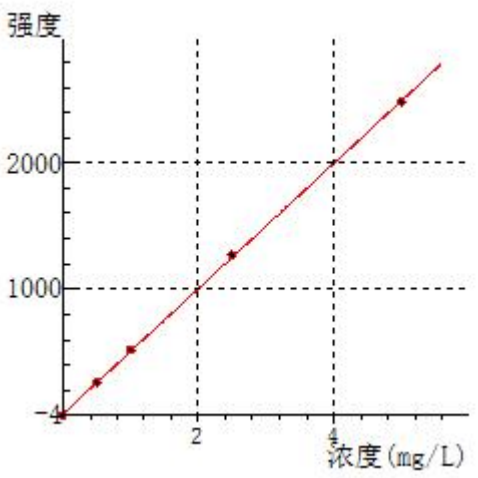
标准曲线

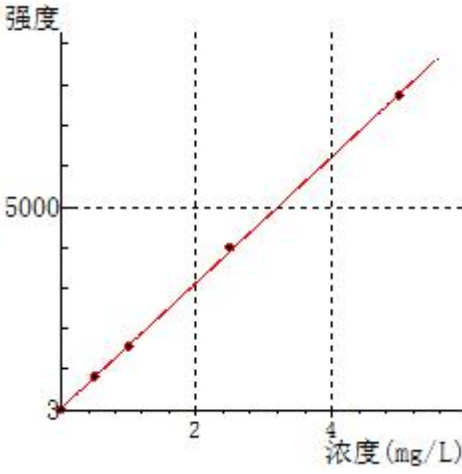
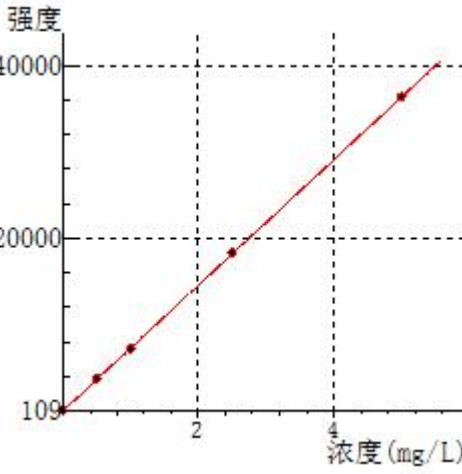
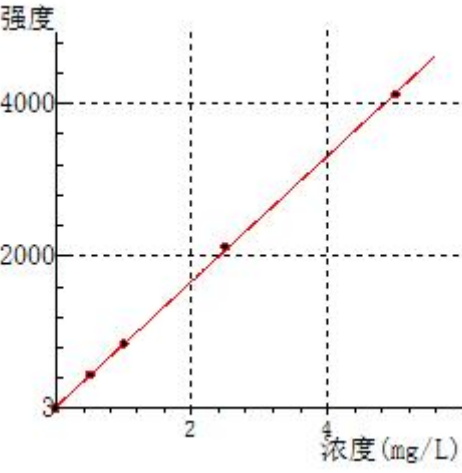
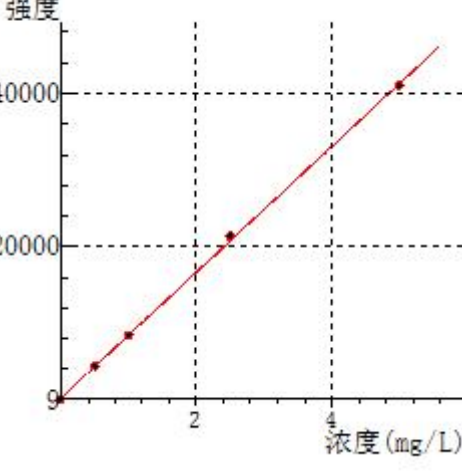
将各元素按照下面表格配制标准溶液，按照实验条件，待仪器稳定后，将标准溶液依次上机检测，绘制各元素的标准曲线。

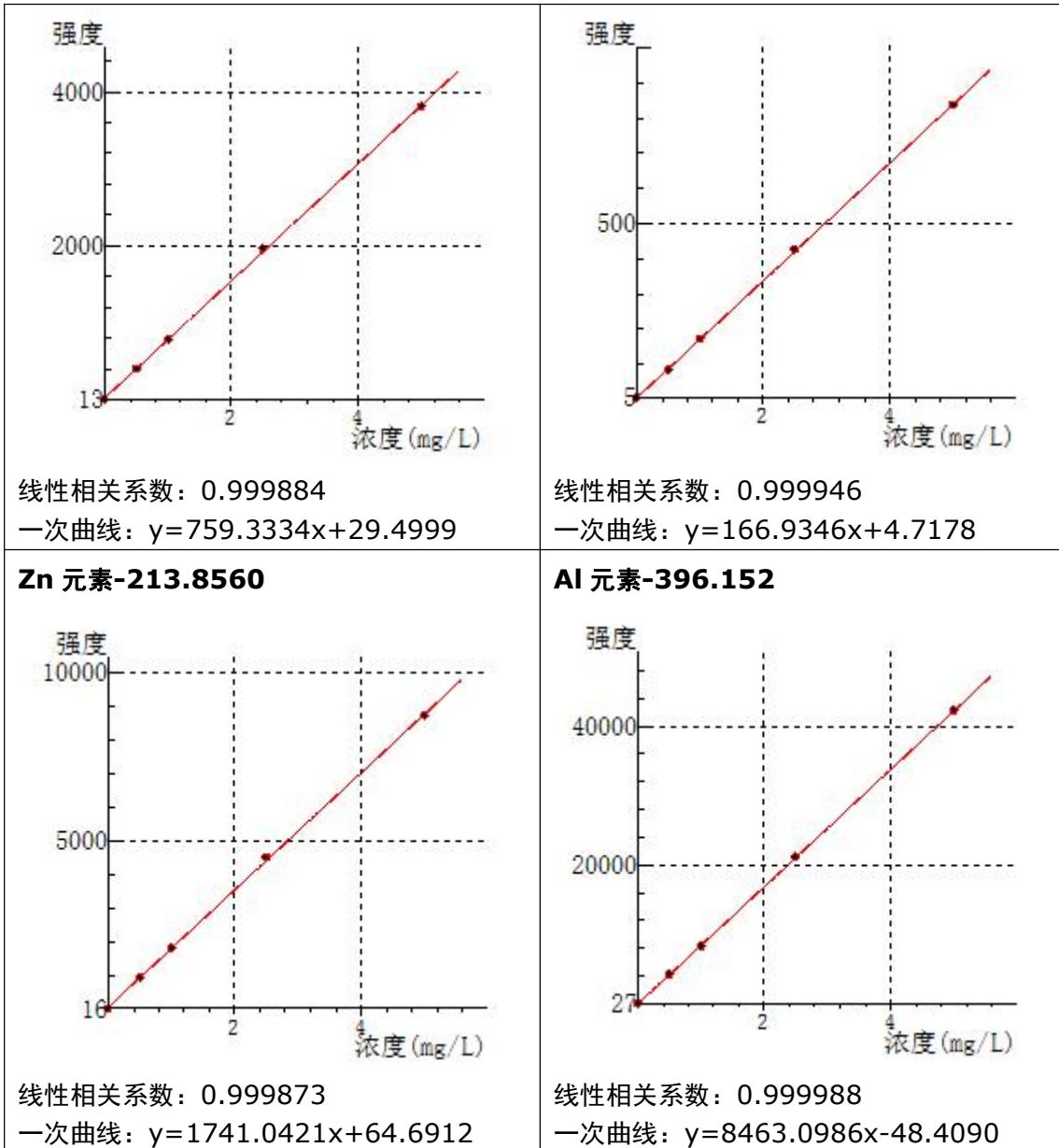
元素	浓度 (mg/L)				
Li	0.0000	0.5000	1.0000	2.5000	5.0000
P	0.0000	0.5000	1.0000	2.5000	5.0000
K	0.0000	0.5000	1.0000	2.5000	5.0000
Ca	0.0000	0.5000	1.0000	2.5000	5.0000
Na	0.0000	0.2000	0.4000	0.6000	
Mg	0.0000	0.5000	1.0000	2.5000	5.0000
Cd	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	
Co	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	
Cr	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	
Cu	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	
Fe	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	
Mn	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000	

Ni	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000
Pb	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000
Zn	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000
Al	0.0000	1.0000	2.5000	5.0000



 <p>线性相关系数: 0.999345 一次曲线: $y=7981.9761x-260.3558$</p>	 <p>线性相关系数: 0.999563 一次曲线: $y=7947.9214x+588.7751$</p>
<p>Cd 元素-228.8020</p>  <p>线性相关系数: 0.999909 一次曲线: $y=537.5541x+16.2026$</p>	<p>Co 元素-238.8920</p>  <p>线性相关系数: 0.999911 一次曲线: $y=496.6472x+11.4684$</p>
<p>Cr 元素-267.7160</p>	<p>Cu 元素-324.7540</p>

 <p>线性相关系数: 0.999856 一次曲线: $y=1548.1606x+38.4109$</p>	 <p>线性相关系数: 0.999986 一次曲线: $y=7245.7275x+89.6237$</p>
<p>Fe元素-259.9400</p>  <p>线性相关系数: 0.999894 一次曲线: $y=821.1677x+24.9316$</p>	<p>Mn元素-257.6100</p>  <p>线性相关系数: 0.999841 一次曲线: $y=8202.3369x+232.9610$</p>
<p>Ni元素-231.6040</p>	<p>Pb元素-220.3530</p>



样品检测

按照实验条件，将样品上机实验，同时做平行样品，结果如下：

单位：mg/kg(ppm)

元素	检测结果
Li	43587.95
P	206850.07
K	105.15
Na	729.15

Ca	136.08
Mg	65.93
Cd	未检出
Co	未检出
Cr	14.07
Cu	未检出
Fe	389945.42
Mn	82.41
Ni	未检出
Pb	未检出
Zn	45.93
Al	20.84

实验总结

本文根据 GB/T 30835-2014《锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料》利用东西分析 ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪建立测定电池材料中金属元素含量的方法，实验结果表明，该方法简单、快速，干扰少，测试结果准确，是测定多种元素的不二之选。该方法可供相关质量控制等相关部门参考。