

# AA-7800 火焰自吸收扣背景法测定锂电池正极材料中锂元素含量

AAS-138

**摘要：** 本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》（征求意见稿 3 稿），使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计自吸收扣背景法测定了锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，检出限低，准确度高，重复性好，适用于锂电池正极材料中锂元素含量的测定。

**关键词：** AA-7800 火焰法 自吸收扣背景 锂电池正极材料 锂含量

## 技术特点：

- ❖ 自吸收扣背景仅用一种光源即可全波段扣除背景。
- ❖ AA-7800 火焰分析稳定性高，检出限低，准确度高，满足标准要求。

正极材料是锂离子电池中的关键组成部分，负责提供电池中的锂离子。锂元素作为锂离子电池材料中重要组成成份，其含量对电池的性能有着显著影响，对锂离子电池材料中锂含量的测定可为电池材料的评价和电池性能判定提供参考。

自吸收扣背景是利用空心阴极灯的自吸效应校正背景的技术，它是利用空心阴极灯以强、弱脉冲供电的运行方式，开始时，低电流脉冲使空心阴极灯产生发射线，测得原子吸收和背景吸收的信号，接着，

强电流脉冲使空心阴极灯产生自吸谱线变宽，测得背景吸收信号，应用电路将两种信号比较并得到差值，得到待测元素的吸光度。

本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》（征求意见稿），使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计，采用自吸收扣背景法建立了测定锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量的方法，方法准确可靠，满足标准测试要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计



图 1 岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

## 1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	点灯方式	灯电流 (Low,mA)	灯电流 (High,mA)	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Li	670.8	0.7	BGC-SR	15	500	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	1.8	15.0

## 1.3 实验室器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 小时后,用去离子水冲洗,干燥备用;实验用硝酸、盐酸为优级纯;实验用水为超纯水。

## 1.4 样品前处理

(1) 磷酸铁锂: 精确称取 0.2 g 样品于聚四氟乙烯微波消解罐中,用水湿润,加入 6 mL 浓盐酸、2 mL 浓硝酸,置于微波消解仪中进行消解(10 min 升至 180°C,再用 10 min 升至 220°C,保持 30 min)。待消解完成后冷却至室温,取出,将消解罐中的溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再精确移取 100 μL 样品、1 mL 20% 氯化钾溶液于 100 mL 容量瓶中,0.5% 硝酸溶液稀释至刻度,混匀待测。同法制备平行样和加标回收样品。

(2) 镍钴锰酸锂、钴酸锂: 精确称取 0.2 g 样品于聚四氟乙烯消解管中,用水湿润,加入 20 mL 盐酸(1+1),放于电热板上加热溶解完全,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再精确移取 100 μL 样品、1 mL 20% 氯化钾溶液于 100 mL 容量瓶中,0.5% 硝酸溶液稀释至刻度,混匀待测。同法制备平行样和加标回收样品。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

使用 1% 硝酸溶液配制系列浓度为 0.00 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、0.75 mg/L、1.00 mg/L 的 Li 标准溶液,同时标准曲线中氯化钾的浓度为 0.2%。标准曲线见图 2。

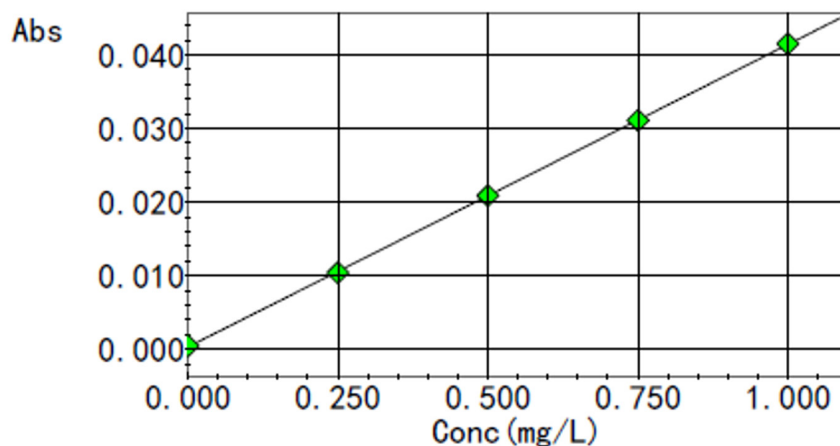


图 2 Li 元素标准曲线 (Abs=0.041080Conc+0.00034000, r=1.0000)

## 2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按样品称量 0.2 g，定容至 50 毫升后稀释 1000 倍测试，计算方法检出限和定量限，结果见下表 2 所示。

表 2 方法检出限及定量限

元素	仪器检出限 (mg/L)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
Li	0.004	0.09	0.3

## 2.3 样品测试结果

分别对磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂样品进行测定，样品锂元素含量的分析结果见表 3。

表 3 样品测试结果

样品	测定值 (mg/L)	测定结果 (%)	RSD (% , n=3)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (% , n=3)
磷酸铁锂	0.171	4.27	0.74	0.25	101	1.33
镍钴锰酸锂	0.288	7.20	1.34		99.3	0.96
钴酸锂	0.269	6.73	1.26		97.4	0.44

## ■ 结论

本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》(征求意见稿 3 稿)，使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计自吸收扣背景法建立了测定锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量的方法。结果显示：方法线性良好 ( $r=1.0000$ )，方法检出限低，测定精密度好 ( $RSD < 1.34\%$ )，准确度高 (加标回收率 97.4%~101%)，满足标准测定要求。

岛津应用云

