

ICP-AES 法测定六氟磷酸锂中杂质元素

ICP-018

摘要：六氟磷酸锂中杂质含量的高低对锂离子电池的性能起着决定性的作用。因此，对六氟磷酸锂中杂质元素的准确测定十分重要。根据标准 GB/T19282-2003，对六氟磷酸锂中的杂质采用 ICP-AES 法进行测定，该方法线性相关系数大于 0.99956，相对标准偏差在 0.30 ~ 2.43%，具有快速、高效、准确等优点，完全能满足六氟磷酸锂中杂质元素分析的要求。

关键词：六氟磷酸锂 ICP-AES 杂质元素

六氟磷酸锂 (LiPF_6) 是商品化锂离子电池中使用最广泛的电解质锂盐。目前全球 LiPF_6 盐的需求量已经达到 1500 吨，而全球有能力规模化提供 LiPF_6 盐的三家日本公司的供应量已远跟不上国际市场的需求，缺口巨大。由于供应紧张，供应国际市场的六氟磷酸锂盐价格上调很多。鉴于以上原因，国内迅速开展 LiPF_6 盐制备的相关研究并尽快实施产业化已迫在眉睫。先期制定与 LiPF_6 配套的相关标准检测方法对其产业化有直接指导

作用。 LiPF_6 的标准检测方法 GB/T19282-2003 是根据当时国内实际生产情况并借鉴了国外已开展的检测情况而制定的，其主要包括六氟磷酸锂的鉴别、六氟磷酸根、水分、锂含量、杂质金属离子、二甲氧基乙烷 (DME) 不溶物的测定六项。六氟磷酸锂中杂质含量的高低对锂离子电池的性能起着决定性的作用。因此，对六氟磷酸锂中杂质元素的准确测定十分重要。本文根据标准 GB/T19282-2003，对六氟磷酸锂中的杂质采用 ICP-AES 法进行测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪，铂坩埚。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HCl 试剂为优级纯试剂，碳酸锂为光谱纯，实验用水为超纯去离子水。

碳酸锂溶液：称取 9.75 g 碳酸锂 (光谱纯)，加入 50 mL 盐酸 (1+1) 溶液溶解，移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

1.3 样品的前处理

称取 2 g 试样，精确至 0.0001 g，置于铂坩埚中，在通风橱内用电炉加热至白烟消失，再加热 10 min，冷却，加入 10 mL (1+1) 盐酸溶液溶解，移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。(由于该样品前处理方式的特殊性，如加标准溶液于固体样品中，固体样品会溶解，故未作加标回收。)

■ 结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

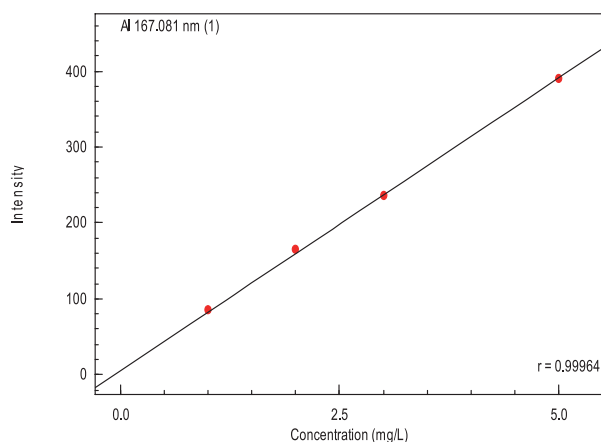
配制 Al, Na, Ca, Fe, K, Mg 和 Zn 的标准溶液, 每个浓度都加入 50 mL 碳酸锂溶液进行基体匹配。仪器稳定后, 按表 1 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

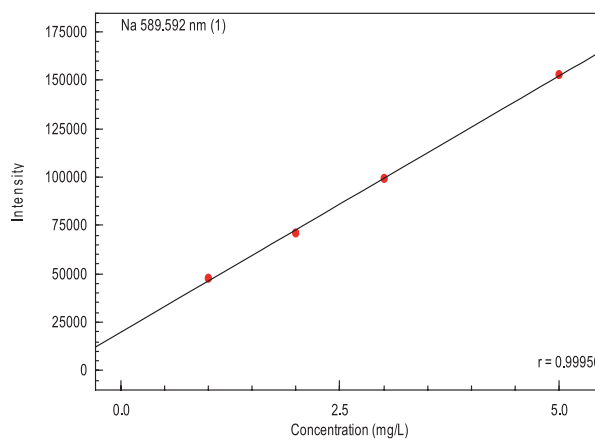
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下:



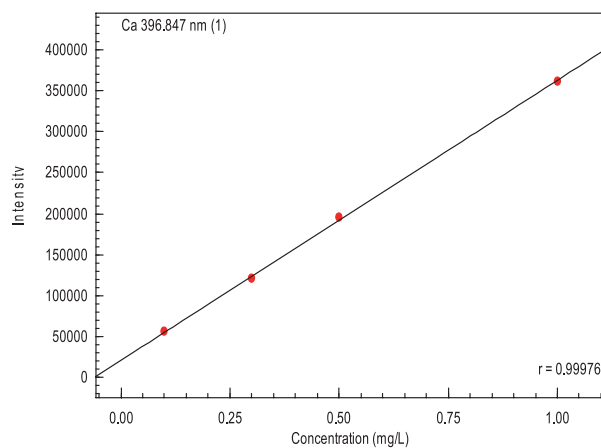
R=0.99964

图 1 铝的标准曲线



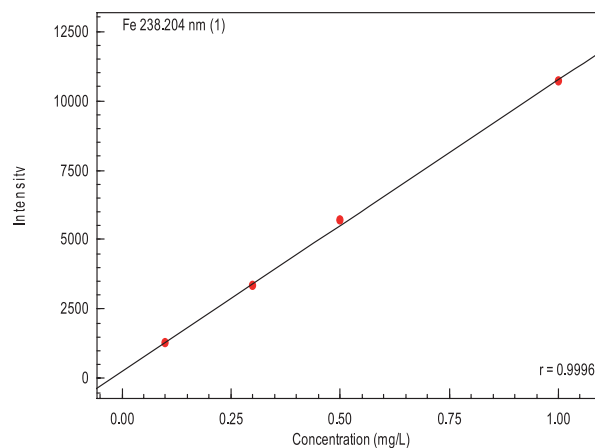
R=0.99956

图 2 钠的标准曲线



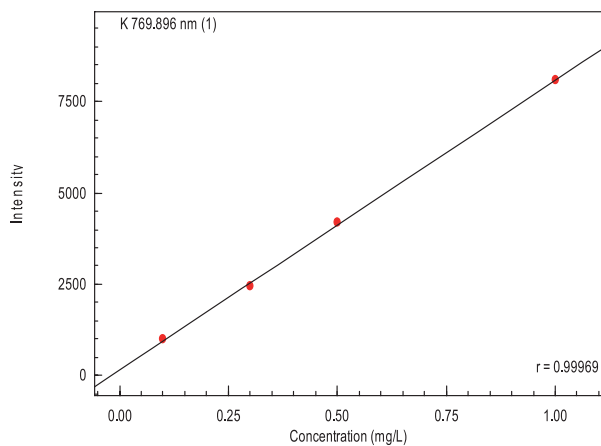
R=0.99976

图 3 钙的标准曲线



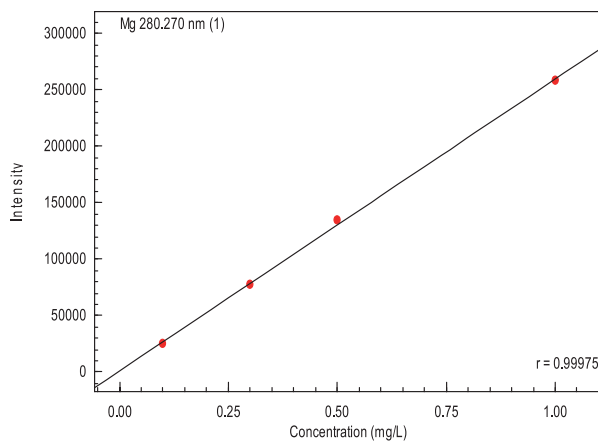
R=0.99967

图 4 铁的标准曲线



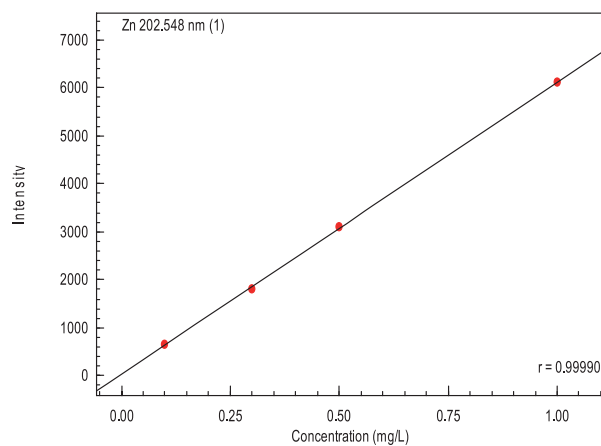
R=0.99969

图5 钾的标准曲线



R=0.99975

图6 镁的标准曲线



R=0.99990

图7 锌的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD%)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 2。

表 2 检出限及精密度

元素名称	Al	Na	Ca	Fe	K	Mg	Zn
检出限 (mg/L)	0.012	0.208	0.011	0.017	0.004	0.001	0.005
RSD(%)	7.55	8.02	1.68	2.84	11.58	2.23	6.89

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，其结果见表 3。

表 3 六氟磷酸锂样品分析结果

元素	测定值 (mg/Kg)	RSD (%)
Al	1079.88	0.54
Na	2331.56	2.43
Ca	4.88	0.72
Fe	27.23	0.30
K	2.92	1.27
Mg	2.28	0.54
Zn	0.22	1.17

■ 结论

根据标准 GB/T19282-2003, 对六氟磷酸锂中的杂质采用 ICP-AES 法进行测定, 该方法线性相关系数大于 0.99956, 相对标准偏差在 0.30% ~ 2.43%, 具有快速、高效、准确等优点, 完全能满足六氟磷酸锂中杂质元素分析的要求。