

ICPE-9820 测定锂离子电池石墨负极材料中硫含量

ICP-174

摘要：本文参考《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》中附录 J 硫含量的测定方法，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了测定锂离子电池石墨负极材料中硫含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9997$ ），灵敏度高，方法检出限为 4.9 mg/kg，测定结果准确，加标回收率在 91.0~96.0% 之间，重复性良好（ $RSD < 3.50\%$ ， $n=6$ ），适用于锂离子电池石墨负极材料中低含量硫的测试。

关键词：ICPE-9820 锂离子电池 石墨负极 硫含量

近年来，锂离子电池越来越受到科研工作者的关注。锂离子电池主要由正极、负极、电解液和隔膜等部分组成，负极是电池储存锂的主体，负极材料主要影响锂电池的首次效率、循环性能、能量密度等。目前大量使用的负极材料包括人造石墨、天然石墨、硅碳复合材料、钛酸锂等。石墨类材料因其较低且平稳的嵌锂电位、较高的理论比容量、廉价和环境友好等综合优势占据了锂离子电池负极材料的主要市场。

《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》中将石墨分为天然石墨、人造石墨和复合石墨等，同

时规定了该三种石墨材料中 S 含量不能超过 20 mg/kg。

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪采用真空光室，对于测试波长为紫外区的 S 元素灵敏度高，稳定性好。本文参考《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》中附录 J 硫含量的测定方法，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对锂离子电池石墨负极材料中硫含量进行了测试，灵敏度高，稳定性好，满足锂离子电池石墨负极材料中低含量硫的测试需求。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.60 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

称取 1 g（精确到 0.0001 g）样品放入微波消解罐中，加入 12 mL 硝酸，放入微波消解仪中，按设定的消解程序对样品进行微波消解。消解程序参见表 2。消解完全后，待溶液冷却至室温，将溶液转移至 100 mL 容量瓶中，加水至容量瓶刻度线，混匀，使用 0.45 μm 滤膜过滤后待测。同时制备空白溶液和加标溶液。

表 2 微波消解温度控制程序

步骤	时间 / min	状态	温度 / °C
1	10	升温	150
2	10	升温	200
6	30	保持	200

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用体积比 5% 硝酸配制 S 元素标准溶液，标准溶液浓度见表 3。

表 3 标准曲线系列浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
S	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50

元素标准曲线见图 1。

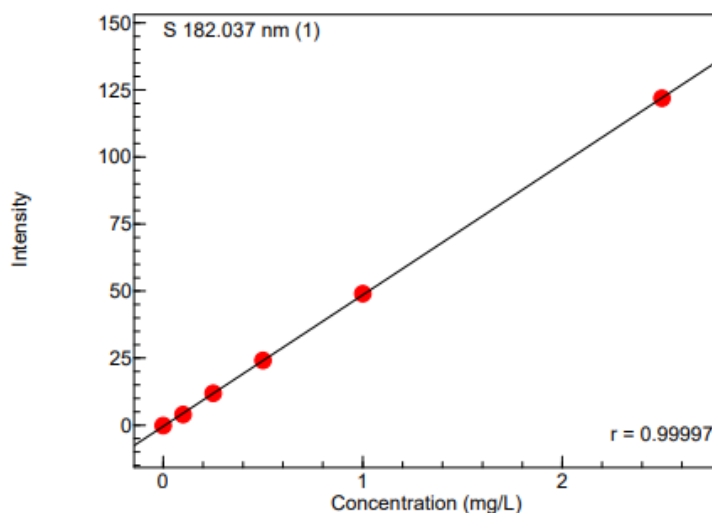


图 1 硫 (S) 标准曲线

使用样品空白溶液测定 10 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 1 g，定容体积 100 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 2 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
S	182.037	轴向	1.5	4.9

3.2 样品结果

对消解后的石墨样品进行测定，测定结果见表 5。

表 5 石墨样品中 S 测定结果

样品名称	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (mg/kg)	RSD (%, n=6)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=6)
1#	0.177	17.7	2.00	0.10	91.0	1.41
				0.50	91.2	0.67
2#	0.206	20.6	1.37	0.10	96.0	1.82
				0.50	91.8	0.34
3#	0.092	9.20	3.46	0.10	90.0	2.93
				0.50	93.0	0.37

3.3 稳定性考察

对 0.1 ppm 的 S 溶液进行 1 h 的稳定性考察，稳定性趋势图见图 2。结果表明连续测试 1 h，回收率在 90%-110% 之间，稳定性良好。

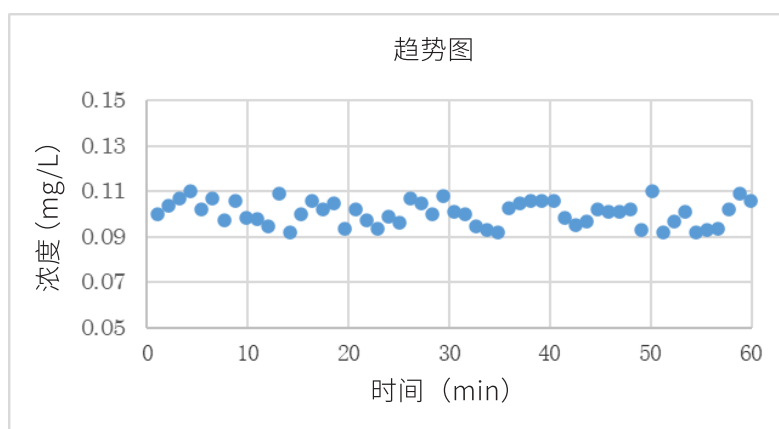


图 2 稳定性趋势图

■ 结论

本文参考《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》中附录 J 硫含量的测定方法，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对锂离子电池石墨负极材料中硫含量进行了测试，灵敏度高，稳定性好，满足锂离子电池石墨负极材料中低含量硫的测试需求。岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪采用真空光室，对于测试波长为紫外区的 S 元素灵敏度高，稳定性好。

岛津应用云

