

# ICPE-9820测定锂离子电池石墨类负极材料中磁性物质含量

ICP-197

**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 K 磁性物质的测定方法，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磁性物质含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9999$ ），灵敏度高，方法检出限为 0.09~0.3  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间，测定结果准确，加标回收率在 95.0%~97.0% 之间，重复性良好（ $\text{RSD} < 2.20\%$ ， $n=6$ ），适用于锂离子电池不同类型石墨负极材料中磁性物质含量的测试。

**关键词：** ICPE-9820 锂离子电池 石墨类负极 磁性杂质

## 技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，减少 40% 氩气消耗成本。
- ❖ 轴向观测，灵敏度高，稳定性好。

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。负极材料作为锂离子电池的四大材料之一，能够可逆地进行脱 / 嵌锂离子，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。

磁性物质是指可以被磁感应强度不小于 0.5 T 磁

棒吸附的杂质。石墨类负极材料在生产制造过程中很难避免磁性杂质，这些杂质将会影响加大电池的自放电，严重的则会造成电池的短路，所以，磁性物质的测试也是必不可少的。

本文参考《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》中附录 K 磁性物质的测定方法，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磁性物质 Co、Cr、Fe、Ni、Zn 含量进行了测试，灵敏度高，满足锂离子电池石墨负极材料中磁性物质测试需求。

表 1 锂离子电池石墨类负极材料磁性物质限值

类型	级别	磁性物质限值 (mg/kg) Fe+Cr+Ni+Zn+Co
天然石墨类	NG- I -19-360	<0.1
	NG- II -13-365	<0.1
	NG- III -23-345	0.1~0.5
人造石墨类	AG-CMB- I -24-355	<0.1
	AG-NAG- II -20-340	<0.1
	AG-PAG- III -18-300	0.5~1.5
复合石墨类	CG- I -17-355	<0.1
	CG- II -18-345	<0.1
	CG- III -20-330	0.1~0.5

## ■ 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。

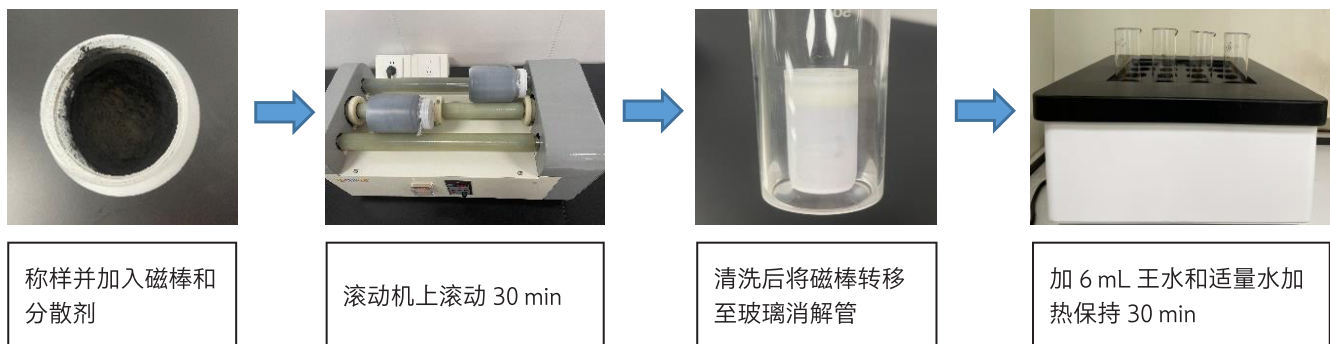
### 1.2 仪器条件

表 2 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	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

称取 200 g 石墨样品于塑料样品罐中，加入 300 mL 无水乙醇作为分散剂，放入磁棒，旋紧罐盖，充分摇匀后置于滚动机上在 60 r/min 的条件滚动 30 min。取出磁棒置于干净的烧杯中，用去离子水清洗后，加入 50 mL 无水乙醇在超声波清洗仪中超声 20 s，重复清洗 3 次。将磁棒转移至玻璃消解管中，加入 6 mL 王水后加水没过磁棒，置于热板中 95 °C 保持 30 min，冷却，将溶液转移至 50 mL 容量瓶中定容。随同样品制备空白。



## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液配制

使用体积比 5% 硝酸配制各元素混合标准溶液系列，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
Co	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50
Cr	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50
Fe	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50
Ni	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50
Zn	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50

### 3.2 标准曲线及轮廓图

元素标准曲线见图 1。

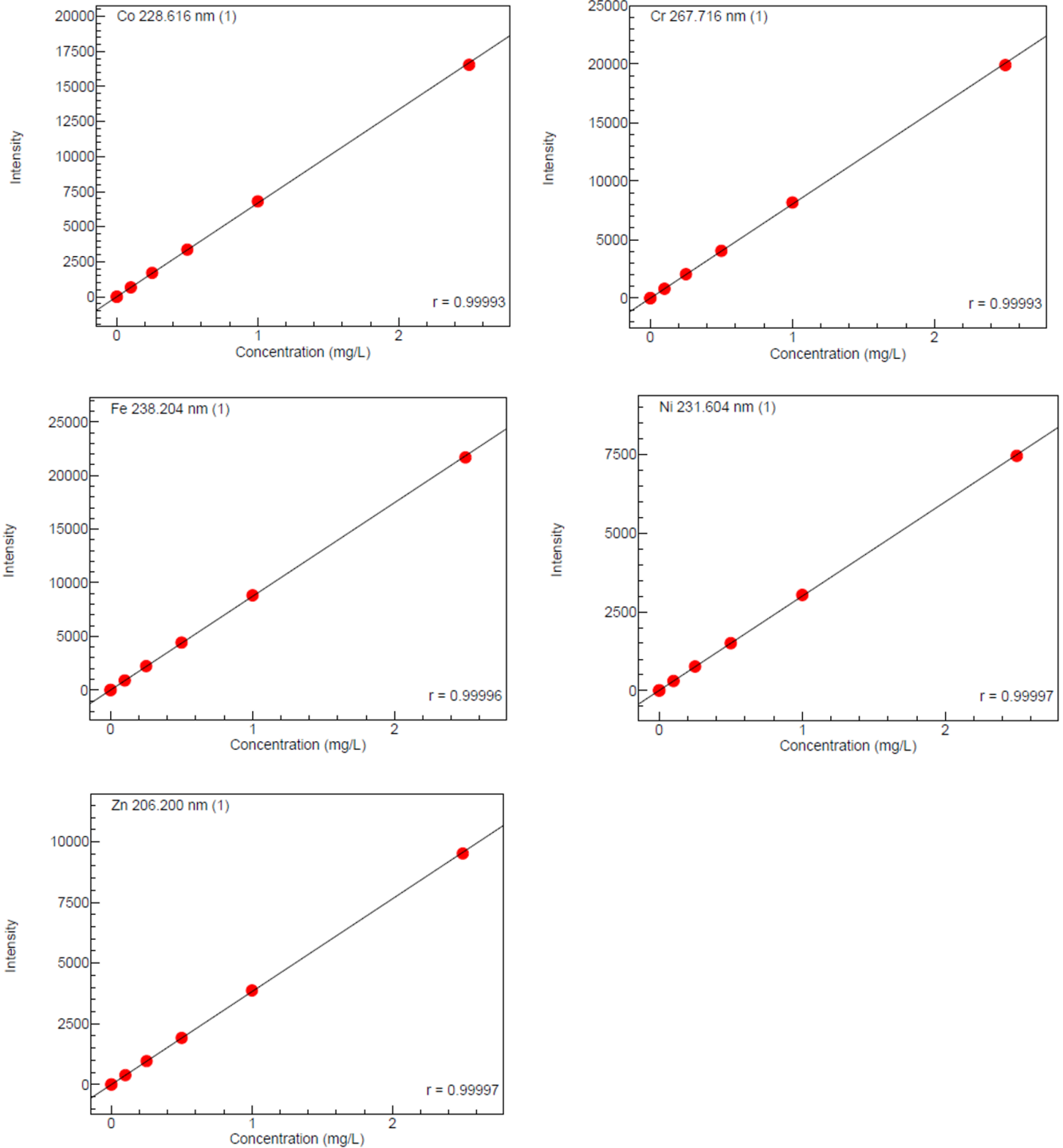
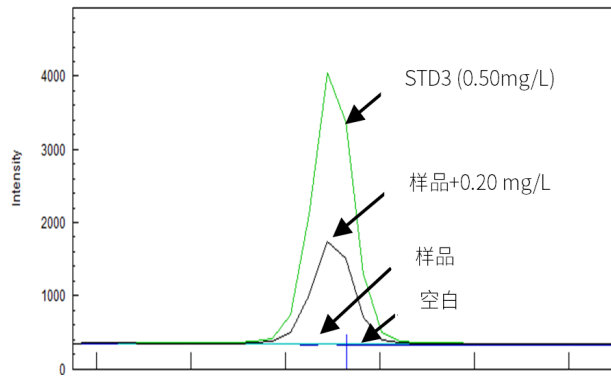


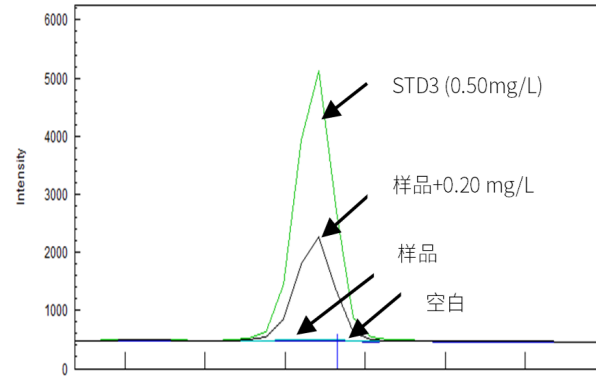
图 1 标准曲线图

元素谱峰轮廓见图 2。

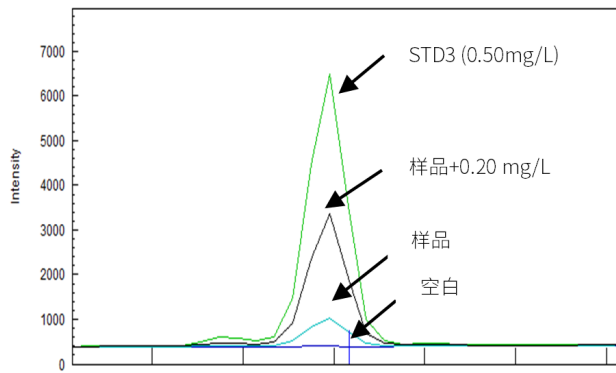
Co 228.616 Best  
条件1



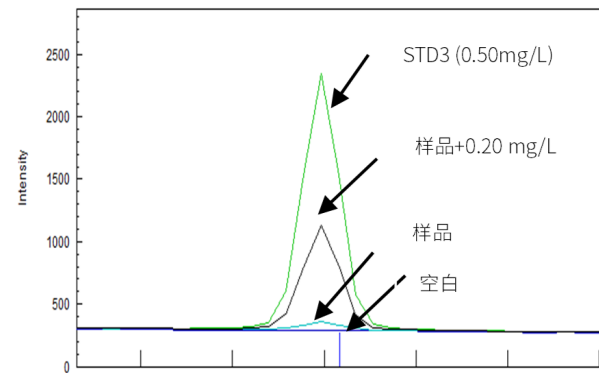
Cr 267.716 Best  
条件1



Fe 238.204 Best  
条件1



Ni 231.604 Best  
条件1



Zn 206.200 Best  
条件1

Zn 206.200 Best  
条件1

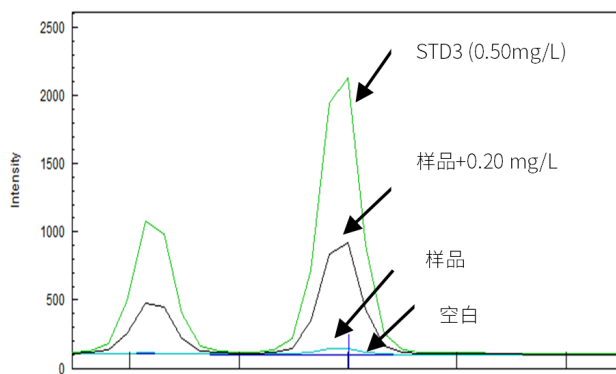


图 2 谱峰轮廓图

### 3.3 检出限

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 200 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (µg/kg)	方法定量限 (µg/kg)
Co	228.616	轴向	0.17	0.55
Cr	267.716	轴向	0.09	0.30
Fe	238.204	轴向	0.13	0.44
Ni	231.604	轴向	0.32	1.08
Zn	206.200	轴向	0.28	0.95

### 3.4 样品结果

对样品溶液进行测定，测定结果表 5。

表 5 石墨中磁性物质测定结果

元素	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (µg/kg)	RSD (% , n=6)	加标浓度 (mg/L)	回收率 (%)	石墨中磁性物质含量 Co+Cr+Fe+Ni+Zn (µg/kg)
Co	N.D.	N.D.	--	0.20	95.5	19.075
Cr	0.0023	0.575	2.19	0.20	95.4	
Fe	0.0513	12.825	0.30	0.20	96.4	
Ni	0.0129	3.225	1.88	0.20	95.1	
Zn	0.0098	2.450	2.10	0.20	95.0	

注：N.D. 表示未检出

## ■ 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 K 磁性物质的测定方法，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磁性物质元素含量进行了测试，灵敏度高，稳定性好，满足锂离子电池石墨负极材料中磁性物质元素测试需求。

岛津应用云

