

# ICPE-9820 标准加入法测定锂电池电解液中杂质元素含量

ICP-201

**摘要：**本文参考电子行业标准《锂离子电池电解液中金属杂质含量测试方法》修订稿采用电热板消解 - 标准加入法测定电解液中铝、砷、镉、铬、铜、钙、钾、镍、钠、镁、铁、铅和锌等金属元素含量。实验结果表明，标准曲线线性良好 ( $r > 0.9998$ )，方法检出限为 0.0017~0.040 mg/kg 之间，加标回收率 92.5~108%，准确度良好；该方法电热板加热挥发有机溶剂，操作简便快捷，标准加入法测定准确度高，适用于锂电池电解液中杂质元素的测定。

**关键词：**ICPE-9820 锂离子电池 电解液 元素含量

## 技术特点：

- ❖ 岛津 ICPE-9820 采用先进的 Mini 炬管气体节约气体消耗量，节省运行成本。
- ❖ 自动推荐最佳波长功能，保证测定结果的准确度和精密度。

锂电池一般是由正极、负极、隔膜、电解液组成，其中电解液在电池正负极之间进行离子和离子化合物的传输，它的性能直接决定了锂电池的电导率、容量和输出电压。电解液一般由高纯度的有机溶剂、溶质和少量添加剂按一定比例配制而成，商品化的锂离子电池应用的电解质锂盐一般为六氟磷酸锂，有机溶剂主要有 EC(碳酸乙烯酯)、PC(碳酸丙烯酯)、DMC(碳酸二甲酯)、DEC(碳酸二乙酯)、EMC(碳酸甲乙酯)等链状和环状碳酸酯。

化工行业标准 HG/T 4067-2015《六氟磷酸锂电解液》采用配备耐氢氟酸进样系统的电感耦合等离子

体发射光谱仪 (ICP-OES) 测定阳离子含量，该方法长时间分析电解液样品炬管容易出现积碳问题。电子行业标准《锂离子电池电解液中金属杂质含量测试方法》修订稿采用电热板消解 - 标准加入法测定电解液中铝、砷、镉、铬、铜、钙、钾、镍、钠、镁、铁、铅和锌等金属元素含量。

本文参考电子行业标准《锂离子电池电解液中金属杂质含量测试方法》修订稿采用电热板消解 - 标准加入法测定电解液中杂质元素含量，该方法简便快捷，测定准确度高。

## ■ 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。



图 1 岛津 ICPE-9820 型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	炬管类型	Mini 炬管
高频频率	27.12 MHz	雾化室	旋流雾室
等离子体气流速	10.0 L/min	雾化器类型	同心雾化器
辅助气流速	0.60 L/min	观测方向	轴向
载气流速	0.70 L/min	---	---

## ■ 样品前处理

### 2.1 电解液 1 号样品

选取代表性电解液 1 号样品，准确称取电解液 5.00 g（精确到 0.0001）至 5 个聚四氟乙烯烧杯中，电热板 160°C ±10°C 加热样品，待烧杯中剩少量样品时，取下冷却至室温。

往各烧杯中分别准确移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 的 10 mg/L 混合标准溶液，即分别加入 0 μg、2.00 μg、5.00 μg、10.0 μg、20.0 μg 的标准物质。

往烧杯中分别加入 5 mL 硝酸，继续加热消解至剩 1 mL 余液时，冷却至室温，用超纯水转移定容至 50 mL，即配制成加标浓度分别为 0、0.040、0.10、0.20、0.40 mg/L 的系列样品溶液。

### 2.2 电解液 2 号样品

准确称取电解液 2 号样品 5.00 g（精确到 0.0001）至聚四氟乙烯烧杯中，电热板 160°C ±10°C 加热样品，待烧杯中剩少量样品时，取下冷却至室温。往烧杯中加入 5 mL 硝酸，继续加热消解至剩 1 mL 余液时，冷却至室温，用超纯水转移定容至 50 mL。相同方法制作空白溶液。

大批量样品分析时，可选取代表性样品按上述 2.1 操作加标，其余样品按上述 2.2 操作消解后采用 2.1 加标的线性进行定量分析。

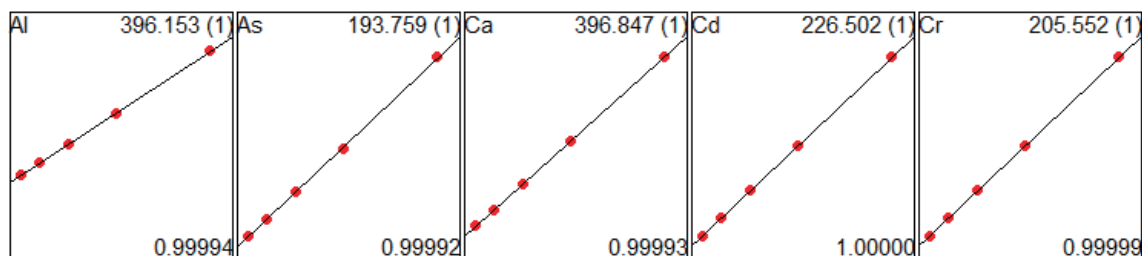
## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液配制

采用标准加入法分析样品，标准溶液配制见样品前处理 2.1，配制成加标浓度分别为 0、0.040、0.10、0.20、0.40 mg/L 的系列样品溶液。

### 3.2 标准曲线及轮廓图

按上述条件依次测定标准溶液，各元素线性相关系数大于 0.9998，标准曲线图见图 2。



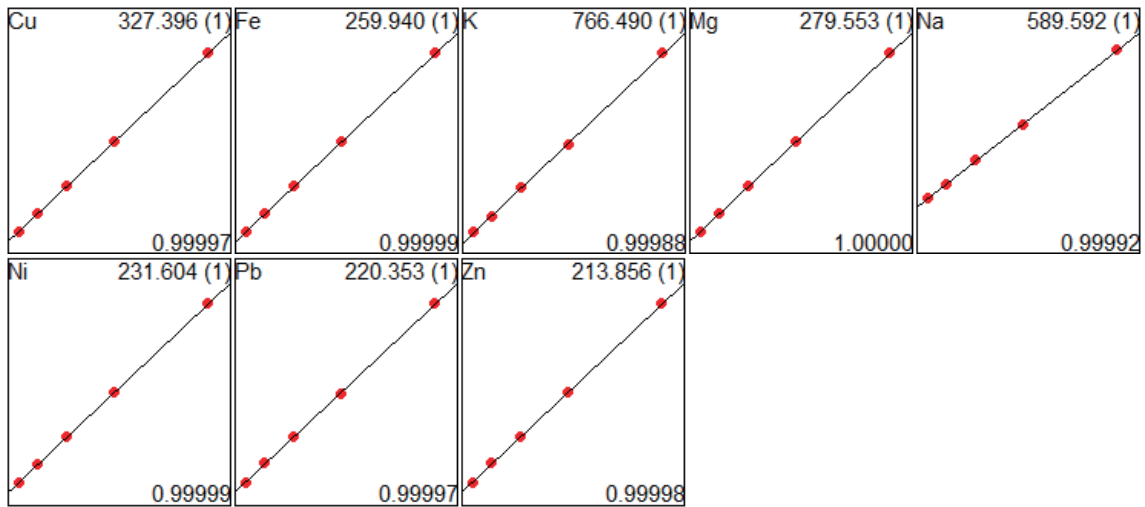


图 2 标准曲线图

软件根据内置谱库信息和样品全谱扫描信息，自动推荐干扰较少，灵敏度高的波长，作为最佳分析波长（Best），部分元素谱峰轮廓见图 3。

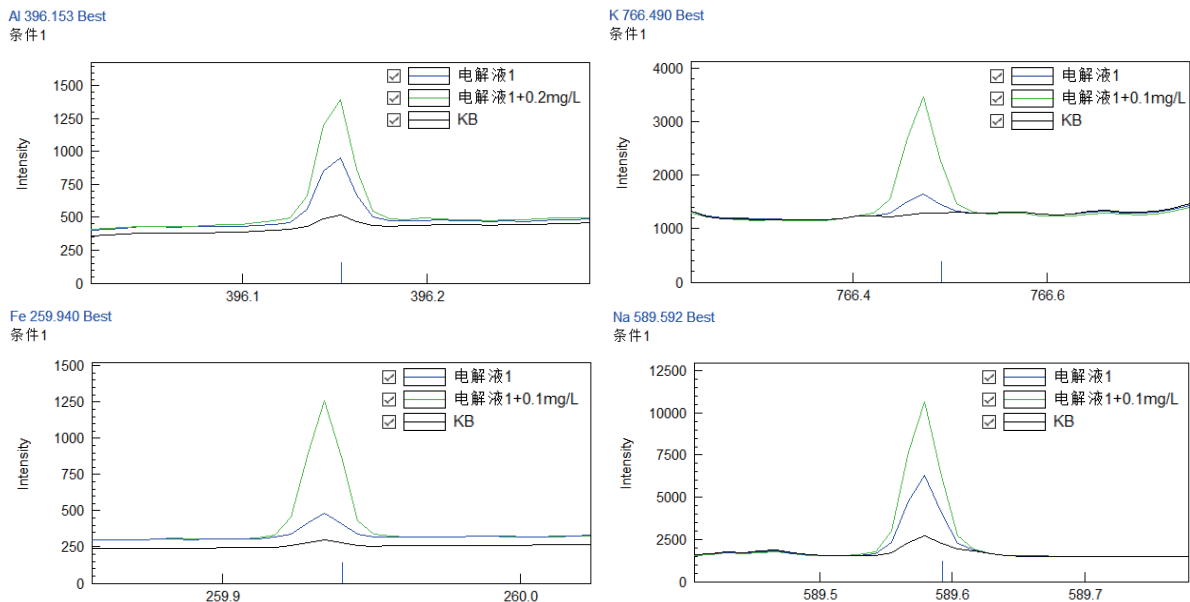


图 3 谱峰轮廓图

### 3.3 检出限

使用样品空白溶液测定 6 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。按照样品称样量 5.00 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限，结果见表 2。

表 2 方法检出限

元素	波长 (nm)	观测 方向	仪器检出限 (mg/L)	方法检出限 (mg/kg)
Al	396.153	轴向	0.003	0.028
As	193.759	轴向	0.004	0.040
Ca	393.366	轴向	0.002	0.014
Cd	226.502	轴向	0.0002	0.0018
Cr	205.552	轴向	0.0005	0.0046
Cu	327.396	轴向	0.003	0.022
Fe	259.940	轴向	0.002	0.014
K	766.490	轴向	0.0002	0.0017
Mg	279.553	轴向	0.0003	0.0030
Na	589.592	轴向	0.0005	0.0046
Ni	231.604	轴向	0.0008	0.0080
Pb	220.353	轴向	0.003	0.026
Zn	213.856	轴向	0.0004	0.0035

### 3.4 样品结果

电解液 1 号样品按照样品前处理 2.1 进行加标后，按上述条件采用标准加入法测定，测定结果见表 3。

表 3 电解液 1 号测定结果

元素	波长 (nm)	测定浓度 (mg/L)	RSD (%, n=3)	样品含量 (mg/kg)
Al	396.153	0.18	0.31	1.80
As	193.759	N.D.	---	---
Ca	393.366	N.D.	---	---
Cd	226.502	N.D.	---	---
Cr	205.552	0.0033	1.52	0.033
Cu	327.396	N.D.	---	---
Fe	259.940	0.015	0.25	0.15
K	766.490	0.021	2.68	0.21
Mg	279.553	0.0021	0.30	0.021
Na	589.592	0.088	4.94	0.88
Ni	231.604	0.0022	6.00	0.022
Pb	220.353	N.D.	---	---
Zn	213.856	N.D.	---	---

备注：N.D. 代表未检出

电解液 2 号样品在电解液 1 号样品标准加入法的线性基础上直接测定，并做加标回收试验，加标回收率 92.5~108%，准确度良好，测定结果见表 4。

表 4 电解液 2 号测定结果

元素	波长 (nm)	测定浓度 (mg/L)	RSD (% , n=3)	样品含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)
Al	396.153	0.34	1.00	3.40	0.20	106
As	193.759	N.D.		---	0.20	102
Ca	393.366	N.D.		---	0.20	108
Cd	226.502	N.D.		---	0.20	103
Cr	205.552	N.D.		---	0.20	104
Cu	327.396	N.D.		---	0.20	104
Fe	259.940	0.0078	4.53	0.078	0.20	104
K	766.490	0.013	2.74	0.13	0.20	101
Mg	279.553	0.0021	0.49	0.021	0.20	104
Na	589.592	0.061	2.15	0.61	0.20	107
Ni	231.604	N.D.		---	0.20	104
Pb	220.353	N.D.		---	0.20	92.5
Zn	213.856	N.D.		---	0.20	104

备注：N.D. 代表未检出

## ■ 结论

本文参考电子行业标准《锂离子电池电解液中金属杂质含量测试方法》修订稿采用电热板消解 - 标准加入法测定电解液中铝、砷、镉、铬、铜、钙、钾、镍、钠、镁、铁、铅和锌等金属元素含量。该方法电热板加热挥发有机溶剂，操作简便快捷，标准加入法测定准确度高，适用于锂电池电解液中杂质元素的测定。岛津 ICPE-9820 采用先进的 Mini 炬管气体节约气体消耗量，节省运行成本。软件后处理功能强大，自动推荐最佳波长功能，保证了测定结果的准确度和精密度。

岛津应用云

