

# 锂电池正极材料中总碳含量分析

TOC-013

**摘要：**本文介绍了使用总有机碳分析仪固体进样附件分析锂电池正极材料磷酸铁锂中总碳含量的方法。试验结果表明，该方法快速准确，重现性好，适合磷酸铁锂石墨混合粉末中总碳的测量。

**关键词：**TOC 分析仪 固体进样附件 总碳 磷酸铁锂 锂电池 正极材料

锂电池的正极材料对锂电池的整体性能有着非常大的影响。目前常用的正极材料有三种：钴酸锂( $\text{LiCoO}_2$ )、锰酸锂( $\text{LiMnO}_4$ )和磷酸铁锂( $\text{LiFePO}_4$ )。其中磷酸铁锂是近几年才发展起来的材料。因为它具有放电容量大、价格低廉、无毒性和不造成环境污染等特点，正在成为世界各国制造和研发的主要方向。磷酸铁锂的原料来源广泛、价格低廉，成品电池无污染、寿命长，是非常理想的正电极材料。之所以直到近几年才大范围推广

开来，主要是因为磷酸铁锂的导电性比较差。通过掺入碳的方法，这个问题已经得到完美解决。现在磷酸铁锂电池的正极材料严格来说应该是磷酸铁锂/碳材料。而掺入碳元素的量就成为磷酸铁锂电池质量监控的一个重要指标。

本文通过总有机碳分析仪的固体进样附件直接测量锂电池正极材料，测得磷酸铁锂/碳粉末中总碳含量，为锂电池工艺监控提供了新的方法，解决了碳添加量的质控问题。

## 材料和方法

### 1.1 仪器及试剂：

Shimadzu TOC-V<sub>CPH</sub> 总有机碳分析仪

SSM-5000A 固体进样附件

Shimadzu 万分之一电子天平

一水合葡萄糖，分析纯

### 1.2 分析条件

催化剂：TC 常规催化剂

检测池：短池

气体：高纯氧气

SSM-5000A 载气流速：200 mL/min

TOC-V<sub>CPH</sub> 载气流速：150 mL/min

SSM-5000A TC 燃烧炉温度：900°C

### 1.3 分析方法

开始测量之前，先把样品舟放入固体进样装置 SSM 的 TC 样品口内，加盖，拧紧，并推入燃烧炉内。燃烧炉内温度为 900°C。加热 20 分钟后取出，备用。

使用万分之一天平准确称量样品，转移到样品舟(陶瓷材料制成)内，放入 SSM-5000A 固体进样单元，准备测量。

打开背景监控窗口，选择 50 倍放大，观察背景曲线，当空气峰完全出现以后，关闭背景监控窗口，开始测量。

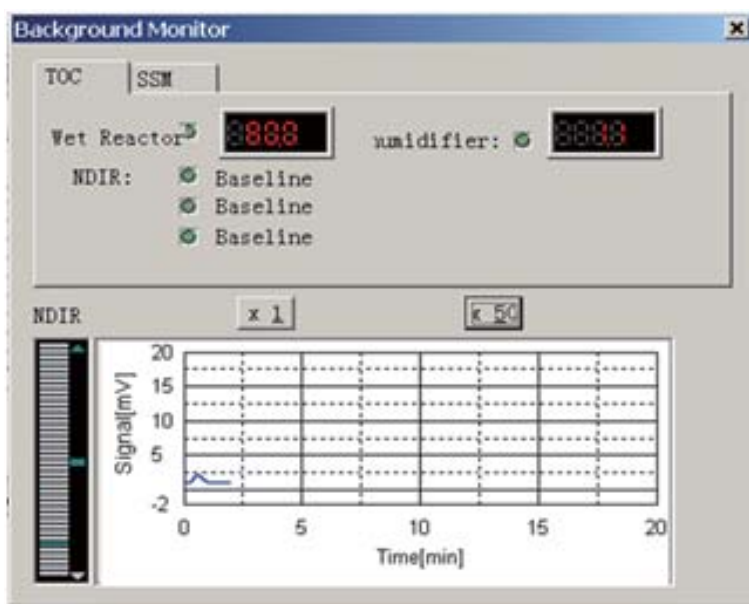


图 1 [背景监控] 空气峰

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

以一水合葡萄糖为基准物质，依次称量出 0 mg, 5.5 mg, 13.8 mg, 27.5 mg 的一水合葡萄糖粉末，转移至准备好的样品舟中。根据固体进样附件使用方法，依次进样分析，得到 0 mg, 2 mg, 5 mg, 10 mg 的总碳标准曲线，如下。

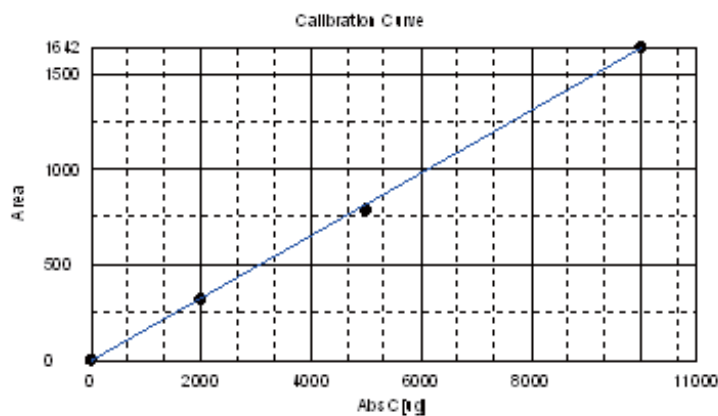
表 1 TC 标准曲线

序列号	TC 绝对值 (mg)	响应面积
1	0.00	0.000
2	2.00	315.0
3	5.00	780.5
4	10.00	1642

$$r^2=0.9993$$

斜率  $k = 164.2$  图 2 TC 标准曲线

TC 标准曲线的线性关系均达到 0.9993，具有良好的线性关系。



## 2.2 某锂电池正极材料测量结果及重复性

先后四次称取上述锂电池正极材料 107.0 mg, 107.0 mg, 121.0 mg, 113.0 mg, 转移至样品舟中, 依次放入 SSM 固体进样附件, 进行测量。测量结果如下。

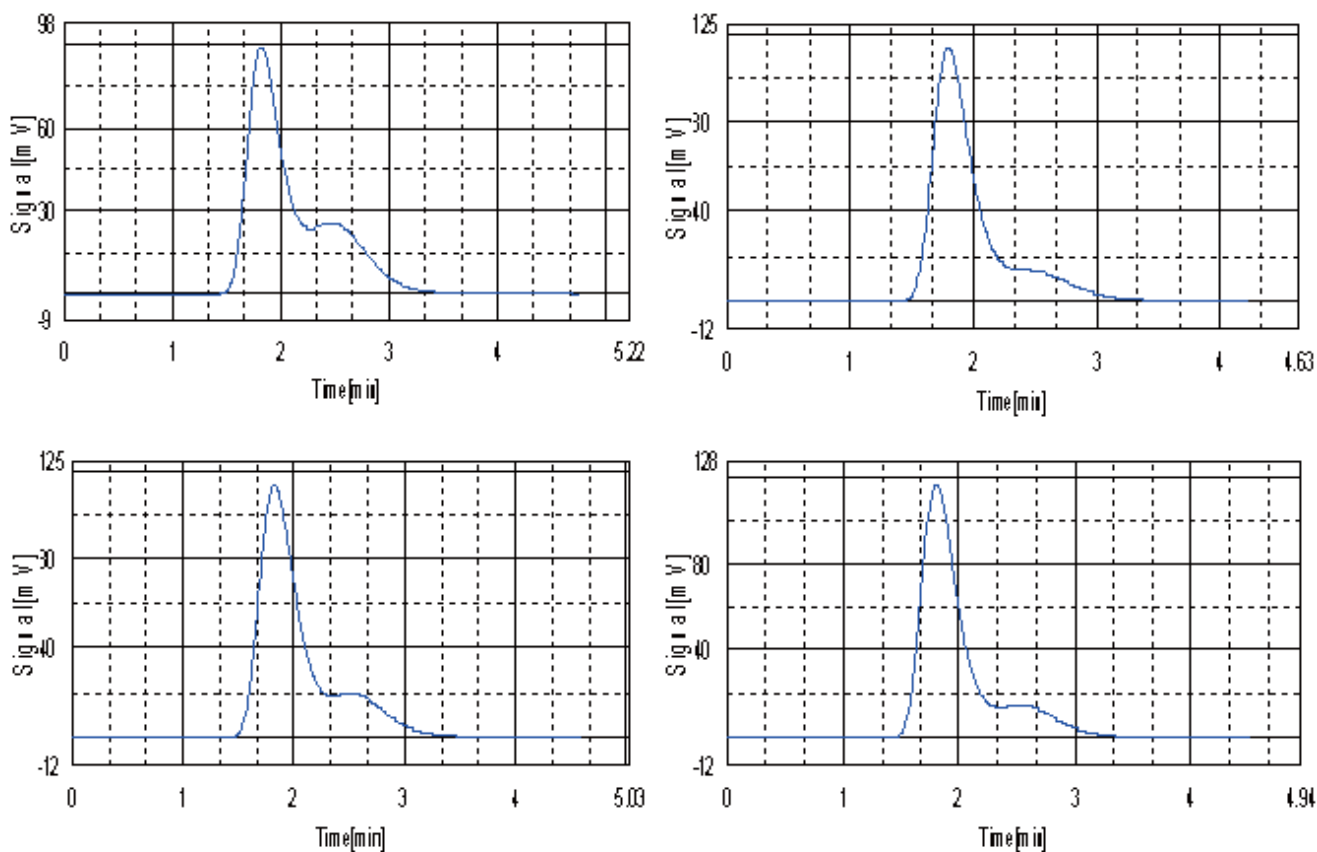


图 3 四次测量峰形图

表 3 某锂电池正极材料总碳测量重复性结果

进样次数	样品总重 (mg)	TC 绝对值 (mg)	TC 含量 (%)	平均 TC 含量 (%)	TC 含量偏差 (%)	RSD (%)
1	107.0	1.878	1.755	1.761	0.0054	0.30
2	107.0	1.892	1.768			
3	121.0	2.130	1.760			
4	113.0	1.990	1.761			

经四次测量, 此锂电池正极材料的总碳平均含量为 1.761%, 标准偏差为 0.0054%, 变相对标准偏差为 0.30%。

## ■ 结论

本文介绍了使用 TOC 总有机碳分析仪 SSM 固体进样附件分析锂电池正极材料磷酸铁锂中总碳含量的方法。经测量,此锂电池正极材料磷酸铁锂中总碳含量为 1.761%,SSM 固体进样附件的 TC 标准曲线的线性关系均达到 0.9993,具有良好的线性关系,四次重复测量相对标准偏差为 0.30%,具有良好的重复性。试验结果表明,该方法快速准确,重现性好,适合磷酸铁锂石墨混合粉末中总碳的测量。