

# 钠电池前驱体材料中总有机碳分析

TOC-034

**摘要：**钠电池三元前驱体材料主要以共沉淀法合成，将铁、钴、锰等水溶性盐溶液混合，然后与氨，碱混合，通过控制反应条件形成氢氧化物，前驱体材料中少量的有机物残留严重影响钠离子电池的性能。本文使用总有机碳分析仪 TOC-L CPH 和 SSM-5000A 固体样品模块，采用加酸预处理方法测试了钠电池前驱体粉末中总有机碳含量，间接测定了有机物残留量，该方法可以为钠电材料生产工艺监控提供参考。

**关键词：**TOC-L 总有机碳分析仪 SSM-5000A 固体样品模块 钠电池前驱体材料 总有机碳

近年来，钠离子电池由于资源丰富，价格低廉，环境友好以及与锂离子电池相近的电化学性质等特点，逐渐成为储能领域的研究热点。

目前钠离子电池正极材料体系包括过渡金属氧化物、聚阴离子类材料、普鲁士蓝类化合物、有机分子和聚合物、非晶材料等。层状过渡金属氧化物通式为  $\text{Na}_x\text{MO}_2$ ，结构上与锂电池的三元材料类似，二者的生产路线也较为类似，但钠离子电池正极的过渡金属元素的选择范围更广，相对于锂离子电池层状金属氧化物成本优势更为突出。

钠离子电池的性能主要取决于正极材料，比如容

量、电压和循环性是影响钠离子电池的能量密度、安全性以及循环寿命的关键因素，而正极材料性能的基础在前驱体。钠电池三元前驱体材料主要以共沉淀法合成，将铁、钴、锰等水溶性盐溶液混合，后与氨，碱混合，通过控制反应条件形成氢氧化物，通过与钠源混合后烧结制得正极成品，前驱体材料中少量的有机物残留严重影响钠离子电池的性能。

本文使用总有机碳分析仪 TOC-L CPH 和 SSM-5000A 固体样品模块，采用加酸预处理方法同时测试了钠电池前驱体粉末中总有机碳含量，间接测定了有机物残留量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

TOC-L CPH 型 总有机碳分析仪

SSM-5000A 固体样品模块

蔗糖（基准试剂级）

盐酸（优级纯）

### 1.2 分析条件

TOC 主机载气流速：150 mL/min

TOC 主机载气压力：200 kPa

TC 燃烧炉温度：900 °C

催化 剂：混合催化剂

载 气：高纯氧气

检 测 器：非色散红外检测器（NDIR）

## ■ 样品前处理

称取样品 0.5 g，滴加 500  $\mu\text{L}$  5% 盐酸去除无机碳，加热板上 80°C 低温烘干后置于 TC 炉中测试，此时  $\text{TC}=\text{TOC}$ 。

## ■ 样品测试流程

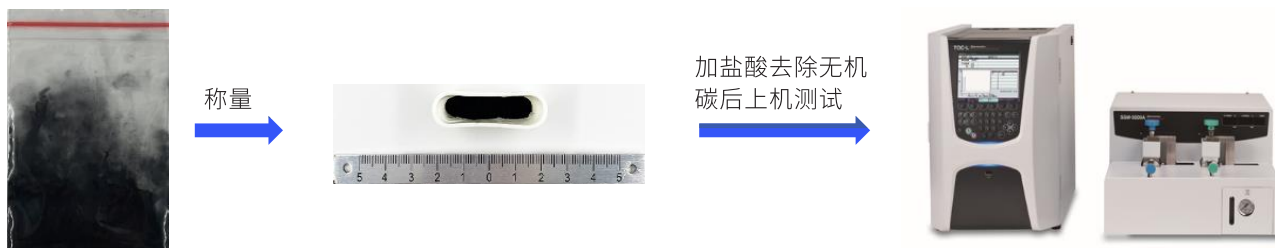


图 1 测试流程图

## ■ 结果与讨论

### 4.1 标准曲线

配制 10000 mg/L 总有机碳溶液，取少量陶瓷纤维于样品舟中，移取 0、50、100、200、500  $\mu\text{L}$  溶液于石英棉上，测定 TC，制作标准曲线。其绝对碳含量分别为 0 mg、0.5 mg、1.0 mg、2.0 mg、5.0 mg。

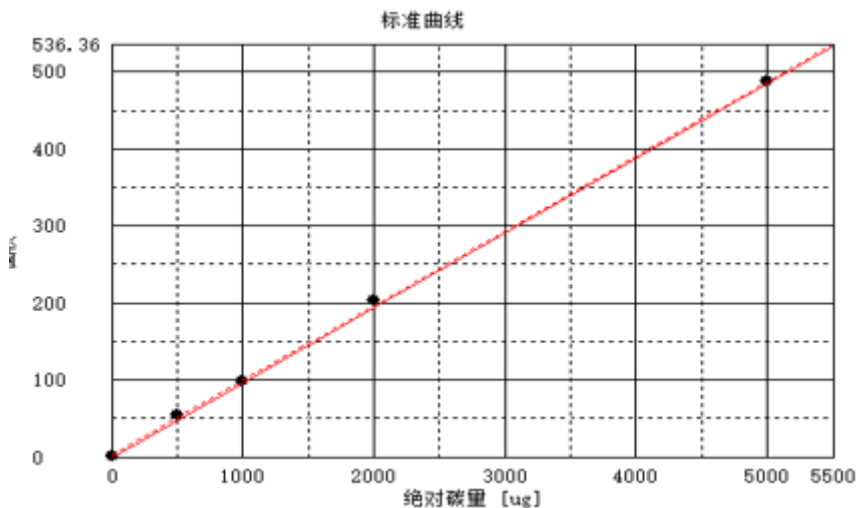


图 2 TC 标准曲线

### 4.2 测定结果

每个样品重复测试 2 次，样品测试轮廓图如图 3 和图 4。

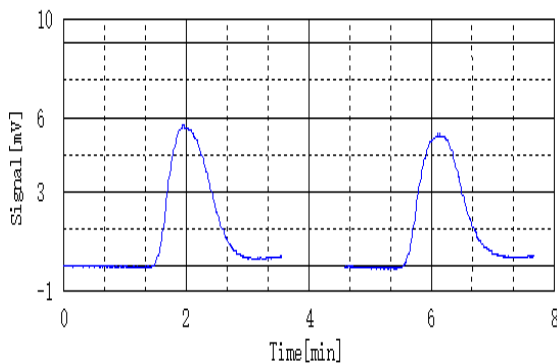


图 3 样品 1#

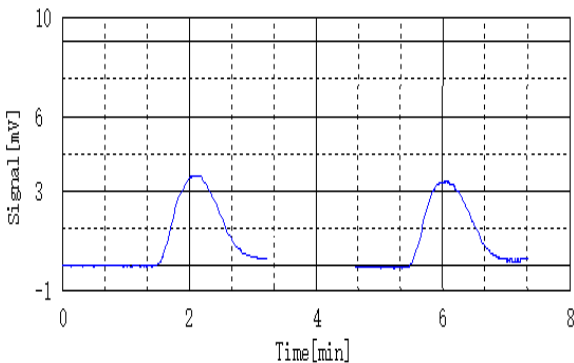


图 4 样品 2#

向装有样品的样品舟中滴加盐酸去除无机碳后，置于加热板上 80 $^{\circ}\text{C}$  低温烘干，测试样品中 TC，此时 TC=TOC。

表 1 钠电正极材料中 TOC 结果

样品名称	TOC 测试			
	称样量 (g)	测试值 (mg C)	计算结果 (mg/g)	直接法结果 (mg/g)
样品 1#	0.5001	0.252	0.504	0.506
	0.5000	0.254	0.508	
样品 2#	0.4980	0.239	0.480	0.490
	0.5268	0.264	0.501	

## ■ 结论

使用总有机碳分析仪 TOC-L CPH 和 SSM-5000A 固体样品模块，采用加酸预处理方法测试了钠电池正极材料中总有机碳含量，间接测定了有机物残留量，可以为钠电材料生产工艺监控提供参考。

岛津应用云

