

# 超声萃取 - 全蒸发顶空 - 气相色谱法测定 锂电池电极片中 N- 甲基吡咯烷酮残留量

## GC-231

**摘要：** 本文利用岛津 HS-10 顶空进样器结合 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了锂电池电极片中 N- 甲基吡咯烷酮残留量的检测方法。电极片中 N- 甲基吡咯烷酮经超声萃取，取 100  $\mu\text{L}$  萃取液经 HS-GC (FID) 测定。在 5~500  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，N- 甲基吡咯烷酮标准曲线线性良好，相关系数 R 为 0.9999。取 6 个标准溶液，N- 甲基吡咯烷酮浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，经顶空，连续 6 次进样，N- 甲基吡咯烷酮峰面积 RSD 值为 1.3%。加标实验中，加标浓度为 100  $\text{mg}/\text{kg}$ ，加标平均回收率为 100.3%，完全满足日常检测的要求。可为厂商有效检测锂电池电极片中 N- 甲基吡咯烷酮残留量提供参考。

**关键词：** 顶空进样 气相色谱法 锂电池电极片 N- 甲基吡咯烷酮

N- 甲基吡咯烷酮简称 NMP。其具有毒性低、沸点高、溶解力强、不易燃、可生物降解、可回收利用、使用安全和适用于多种配方用途等优点，是一种选择性强和稳定性好的溶剂。

NMP 是生产锂电池非常重要的辅助材料，在锂电池制浆过程中，NMP 作为溶剂起到混合活性物质、导电剂和粘结剂的作用，但绝大部分的 NMP 在浆料涂布

过程中被去除，这是因为 NMP 对于锂电池来说是杂质，所以极片中 NMP 含量的高低直接反映了涂布工序以及后续烘烤工序的制程水平。

本文利用岛津 HS-10 顶空进样器结合 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了锂电池电极片中 N- 甲基吡咯烷酮残留量的检测方法。该方法灵敏度高，重复性好，可为各生产厂商对 N- 甲基吡咯烷酮质量的控制提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro  
顶空自动进样器 HS-10

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 HS-10 条件

恒温炉温度：150°C  
恒温时间：20 min  
加压压力：80 kPa

样品流路温度：160°C  
传输线温度：170°C  
进样量：1 mL

#### 1.2.2 GC 条件

色谱柱：SH-Stabilwax-DA, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$   
柱温程序：50°C (1 min)\_25°C /min\_180°C \_5°C /min\_200°C \_25°C /min\_220°C (2 min)  
进样口温度：250°C  
载气：氮气  
载气控制模式：恒线速度  
线速度：25.4 cm/sec  
进样方式：分流进样  
分流比：20:1

检测器：FID 检测器  
检测器温度：250°C  
空气流量：400 mL/min  
氢气流量：40 mL/min  
尾吹气流量：30 mL/min

## ■ 样品前处理

将样品剪碎成 2 mm×2 mm 碎片。准确称取 1.0 g 样品，置于 50 mL 离心管，加入 10.0 mL 乙酸乙酯，漩涡混合 2 min，超声提取 30 min。0.45 μm 滤膜过滤。取 100 μL 滤液于 20 mL 顶空瓶，150°C 平衡 20 min，气相色谱仪测定。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

取 100 μL 浓度为 10 μg/mL 的 N-甲基吡咯烷酮标准溶液，顶空进样，经气相色谱仪测定，得到 N-甲基吡咯烷酮色谱图如下。

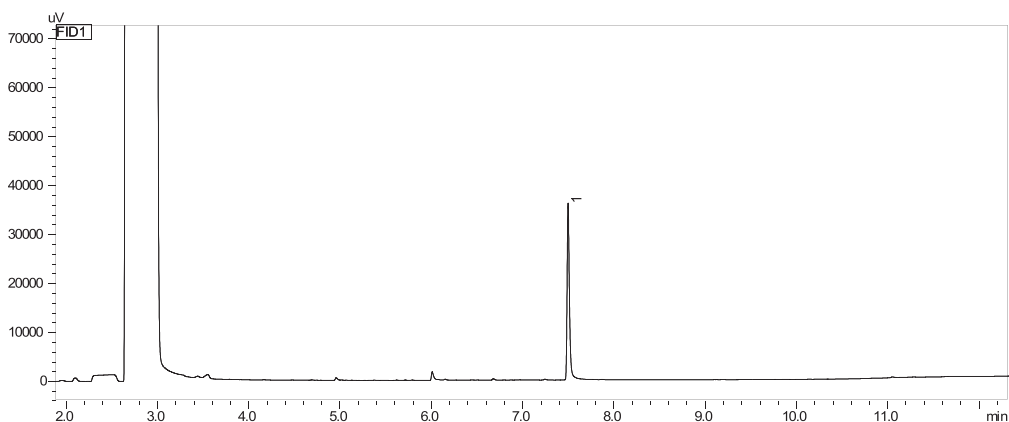


图 1 N-甲基吡咯烷酮标准品色谱图（浓度 10 μg/mL）

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	N-甲基吡咯烷酮	1-Methyl-2-pyrrolidinone	872-50-4	7.503

### 3.2 标准曲线及检出限

用乙酸乙酯配制 5、10、20、50、100、200 和 500 μg/mL 的 N-甲基吡咯烷酮标准系列溶液。分别移取上述溶液 100 μL 于 7 个顶空瓶，150°C 平衡 20 min，经气相色谱仪测定。得到 N-甲基吡咯烷酮标准曲线如下图所示。以 5 μg/mL 标准品，3 倍信噪比计算仪器检出限，标准曲线信息及检出限结果见表 2。

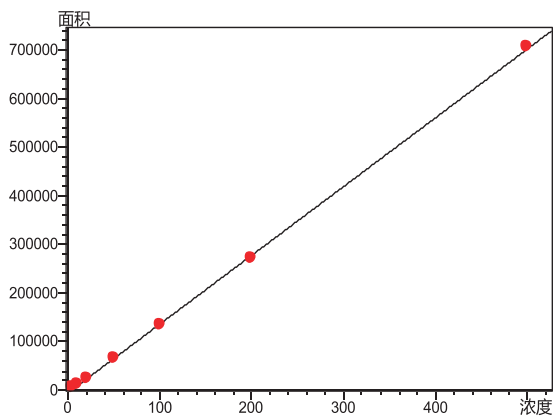


图 2 标准曲线

表 2 标准曲线信息及仪器检出限

No.	名称	相关系数 R	检出限 (µg/mL)
1	N- 甲基吡咯烷酮	0.9999	0.38

### 3.3 重复性测试

分别移取 100 µL浓度为 10 µg/mL的 N-甲基吡咯烷酮于 6个顶空瓶中, 依次进样分析, 考察重复性。结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		2	3	4	5	6		
1	N- 甲基吡咯烷酮	12137	12223	12066	12444	12011	12065	1.3

### 3.4 样品检测

取不同厂商提供的电极片进行 NMP残留量的测定。某厂商电极片色谱图见 3。具体测定结果见表 4。

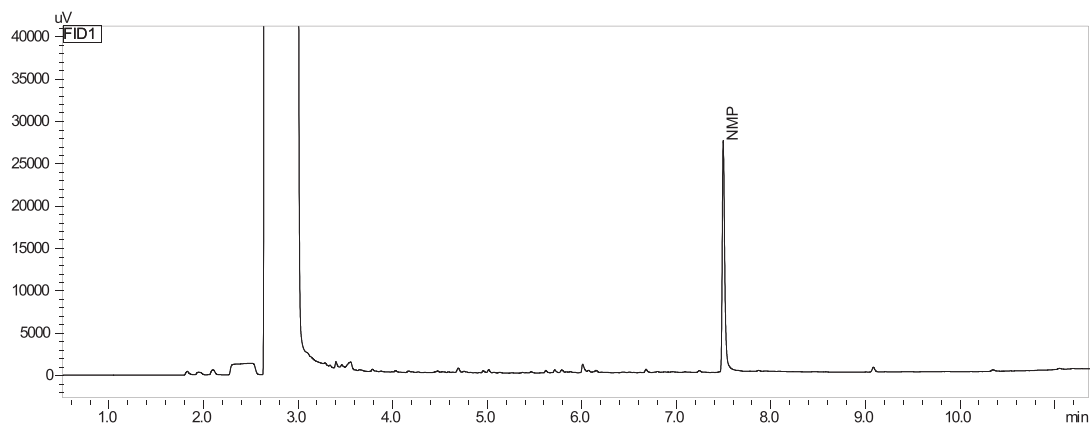


图 3 某厂商电极片色谱图

表 4 不同厂商提供的电极片测定结果 w

样品名称	NMP 含量 (mg/kg)
电极片 #1	396.83
电极片 #2	251.47
电极片 #3	128.05
电极片 #4 (未过辊)	22.55

### 3.5 回收率测试

取前述中的电极片 #4 (未过辊) 样品 1.0 g进行加标实验, 加标浓度分别为 100 mg/kg, 平行处理 3份。回收率结果见表 5。

表 5 回收率结果 (n=3)

No.	测试值 1 (mg/kg)	测试值 2 (mg/kg)	测试值 3 (mg/kg)	平均回收率 (%)
1	124.18	121.62	122.78	100.3

## ■ 结论

本文利用岛津 HS-10顶空进样器结合气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了锂电池电极片中 N-甲基吡咯烷酮残留量的检测方法。5~500  $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围内，N-甲基吡咯烷酮标准曲线线性良好，相关系数 R 为 0.9999。取 6 个标准样品，N-甲基吡咯烷酮浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，经顶空，连续 6 次进样，N-甲基吡咯烷酮峰面积 RSD 值为 1.3%。加标实验中，加标浓度为 100  $\text{mg}/\text{kg}$ ，加标平均回收率为 100.3%，完全满足日常检测的要求。该方法灵敏度高、重复性好，可为厂商有效检测锂电池电极片中 N-甲基吡咯烷酮残留量提供参考。

岛津应用云

