

ICP-AES法测定锂离子电池电解液中金属杂质元素

ICP-012

摘要：采用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)同时测定六氟磷酸锂电解液中铁、铜和铬元素，回收率在98.3%~102.1%之间，线性相关系数大于0.9999，相对标准偏差在0.36%~2.60%之间。该方法分析速度快，灵敏度高，重现性好，适合六氟磷酸锂电解液中杂质元素的检测。

关键词：ICP-AES 六氟磷酸锂 电解液 杂质元素

1990年春，日本索尼能源开发公司首先发明了锂离子二次电池，使锂离子电池成为全球性的研发热潮。六氟磷酸锂具有良好的电导率和电化学稳定性及绿色环保，而成为最常用的电解质锂盐，溶剂多采用碳酸乙烯酯、碳酸二甲酯等。电解液是锂离子电池的重要组成部分，它在电池中承担着正负极之间传输电荷的作用，对电池的工作温度、比能量、循环效率、安全性等主要性能有着重要的影响。电解液中杂质含量的高低对锂离子电池的性能起着决定性的作用。因此，对六氟磷酸锂电解液中杂质元素的准确测定十分重要。而目前六氟磷酸锂电解液中杂质元素的测定文献鲜见报道。为了避免锂离子对待测元素的干扰，传统锂盐中杂质含量的测定大多需要加入电离缓冲剂。本文采用电感耦合等离子体光谱运用标准加入法直接测定六氟磷酸锂电解液中的杂质元素，该方法简便、准确、快速，完全能满足实际需要。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

仪器稳定后，按表1仪器工作条件，将混合标准溶液依次喷入，制定工作标准曲线。

表1 仪器工作条件

观测方向	等离子体流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	0.6	10	0.7	27.12	1.2

实验部分

1.1 仪器

岛津ICPE-9000全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 校准曲线的配制

在干燥条件下准确称取5 g锂电解液(精确至0.0001 g)，置于聚四氟乙烯烧杯中，在电热板上低温加热至干，冷却后加入20%的稀硝酸10 mL，低温加热至全部溶解，冷却后定容至50 mL容量瓶中。同法做试剂空白。然后分别取5 mL溶液至10 mL容量瓶中，加入标准溶液，浓度分别为0, 0.05, 0.1, 0.2 mg/L。

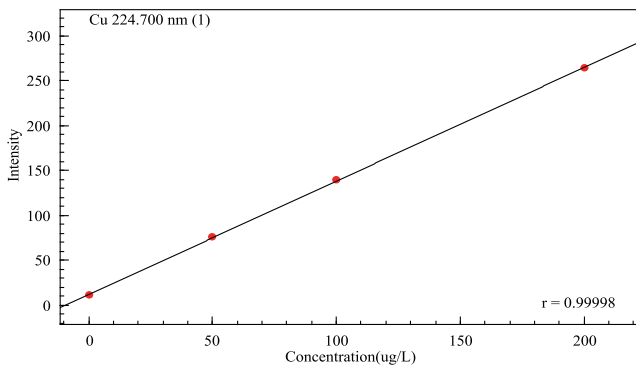
岛津ICPE-9000软件[助手功能]可自动进行测定元素的波长选择, 选择共存元素谱线干扰小, 检出限和信背比高的谱线(见表2)

表2 分析线波长

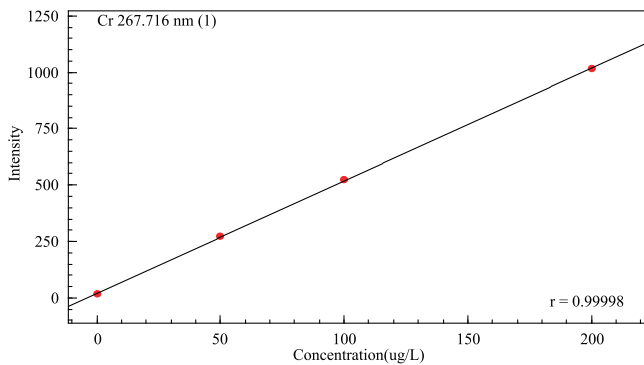
元素	Cu	Cr	Fe
波长(nm)	224.700	267.716	238.204

2.2 标准曲线

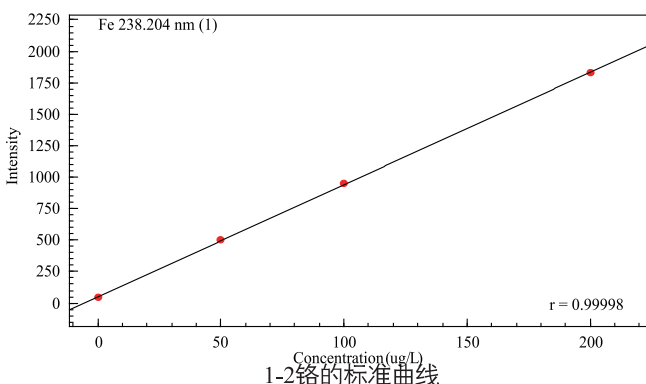
Cu、Cr和Fe三种杂质元素的标准曲线如下:



1-1 铜的标准曲线



1-2 铬的标准曲线



1-2 铁的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度(RSD%)

对空白标准溶液(硝酸)的分析元素进行10次测定, 取3倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 其结果见表3。

表3 检出限及精密度

元素	Cu	Cr	Fe
检出限($\mu\text{g/L}$)	1.42	0.54	0.27
RSD(%)	2.60	0.36	2.35

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析, 并进行了加标回收率实验, 其结果见表4。

表4 样品分析及回收率

元素	样品结果(mg/kg)	样品回收率(%)
Cu	0.12	102.1
Cr	0.07	98.3
Fe	0.10	97.4

结论

采用电感耦合等离子体发射光谱, 运用标准加入法, 对六氟磷酸锂电解液中多种杂质元素同时测定, 具有快速、简便、检出限低、灵敏度高优点, 其准确度、精密度均能满足工业生产中六氟磷酸锂电解液的分析要求。