

### 特点描述

- ◆ 使用 N<sub>2</sub> 载气可对锂离子电池电解液中的碳酸酯和添加剂进行高分离度和高重复性分析。
- ◆ 使用 Brevis GC-2050 + FID，适用于节省空间的常规分析。

### ■ 引言

近年来，可快速充放电、使用寿命长的锂离子电池在电动汽车和储电系统中得到不断普及。锂离子电池由电极、隔膜和电解液构成。其中，电解液中的碳酸酯和添加剂的成分和纯度对保证锂离子电池的质量和性能来说是至关重要的。使用 GC 可完成上述化合物的分析。

在近年来飞速发展的锂离子电池市场，电池内的电解液分析已经成为质量管理中必不可少的重要因素。在质量管理中，需要在有限的实验室空间实施尽可能多的样本分析。在这种情况下，以节省空间和高分析性能著称的 Brevis GC-2050 成为有效的选项。

在本应用新闻中，将为您介绍使用 Brevis GC-2050+FID 分析在电解液中频繁使用的多种碳酸酯和添加剂的案例。另外，在本分析中使用的载气是 N<sub>2</sub>。

### ■ 分析条件

分析条件如表 1 所示。使用了 PTFE 材质进样针 (P/N 221-74469)。

表 1 分析条件

型号	: Brevis GC-2050
进样温度	: 250 °C
进样模式	: 分流比 30:1
载气	: N <sub>2</sub> 、恒线速度模式 (25 cm/sec)
色谱柱	: SH-I-5MS (P/N 221-75940-30) (30 m × 0.25 mm I.D.、0.25 μm)
柱温	: 40 °C (3 min) → 10 °C /min → 160 °C (5 min)
检测器	: FID
FID 温度	: 250 °C
尾吹气	: N <sub>2</sub> , 24 mL/min
H <sub>2</sub> 流速	: 32 mL/min
空气流速	: 200 mL/min

### ■ 标准样品的分析

作为在电解液中使用的具有代表性的化合物，我们准备了表 2 所示的 8 种碳酸酯化合物。使用二氯甲烷对上述化合物进行稀释，制备了 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L, 200 mg/L, 500 mg/L 的 6 个浓度点的 8 种混合标准样品。使用上述标准样品绘制校准曲线，并确认了重复性。

表 2 所使用的碳酸酯和添加剂的种类

化合物名称	简称
1 碳酸二甲酯	DMC
2 碳酸甲乙酯	EMC
3 碳酸乙烯酯	VC
4 碳酸二乙酯	DEC
5 碳酸氟乙烯酯	FEC
6 碳酸亚乙酯	EC
7 碳酸丙烯酯	PC
8 1,3- 丙烷磺酸内酯	PS

### ■ 8 种混合标准试样的色谱图结果

100 ppm 的整体色谱图如图 1 所示。

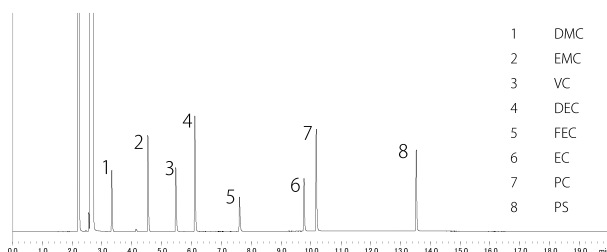
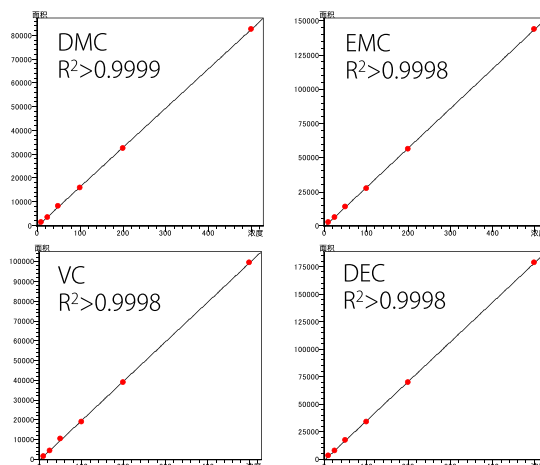


图 1 8 种混合标准样品 (100 ppm) 的色谱图

### ■ 8 种混合标准样品的校准曲线结果

各化合物的校准曲线结果如图 2 所示。各化合物的结果均为 R<sup>2</sup>=0.999 以上，线性良好。另外，用 10 mg/L 进行 5 次连续分析的峰面积重复性 (%RSD) 如表 3 所示。所有的化合物均取得了良好的重复性结果。



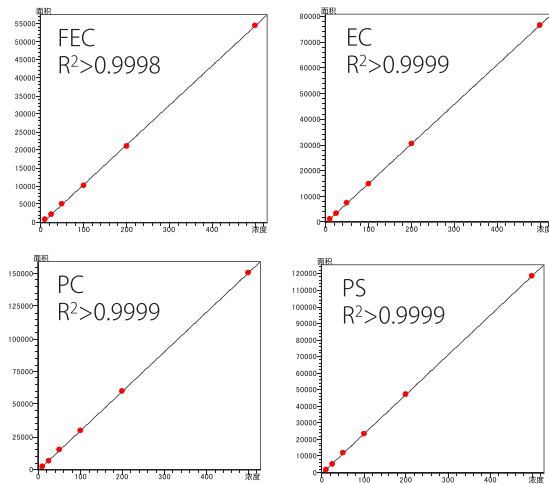


图2 8种化合物的校准曲线

表3 峰面积重复性 (n=5)

化合物名称	%RSD
DMC	1.28
EMC	0.80
VC	1.03
DEC	1.39
FEC	1.73
EC	1.26
PC	1.16
PS	1.10

## ■ 电解液样品的定量

我们分析了电解质的种类和碳酸酯的种类不同的4种市售锂离子电池电解液样品。各样品的所含的电解质、碳酸酯以及添加剂的种类如表4所示。

使用二氯甲烷将样品稀释到1000倍进行分析。如果不稀释直接分析，电解质析出的影响增大，需要酌情增加衬管和色谱柱的维护次数。

另外，为了防止大气中的水分与源自Li的电解质在分装时的反应带来的危险，在手套箱内进行了操作。

各样品的色谱图结果如图3所示，各二氯甲烷稀释前的碳酸酯和添加剂的定量值如表5所示。色谱图中的峰顶编号与表5的编号相对应。

表4 实际样品的种类

	电解质	碳酸酯、添加剂
样品1	LiFSI	DMC, EMC, EC
样品2	LiFSI	DMC, DEC, EC
样品3	LiPF <sub>6</sub>	DMC, EMC, EC
样品4	LiPF <sub>6</sub>	DMC, DEC, EC

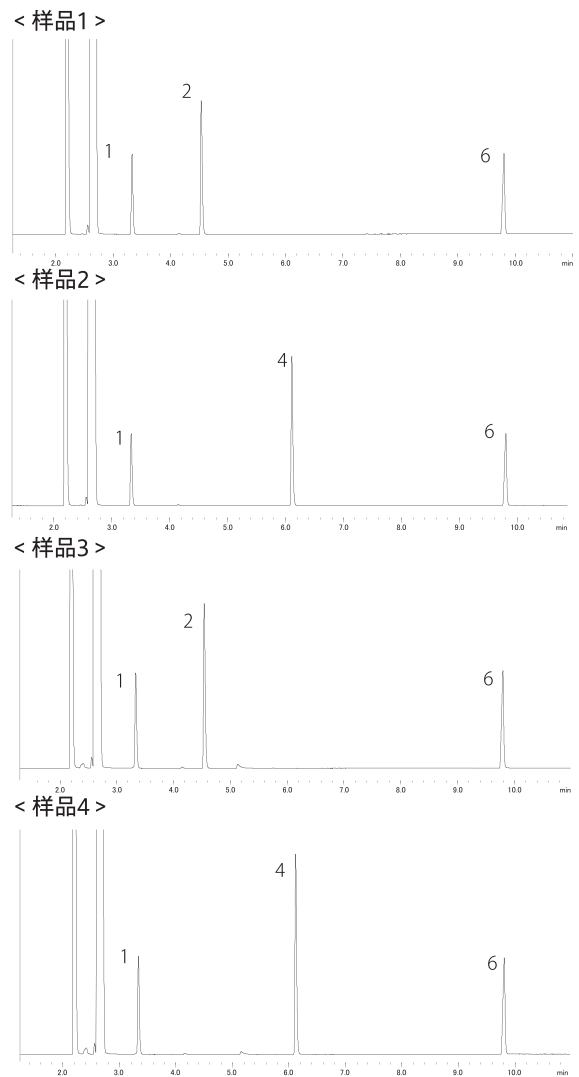


图3 4种市售电解液样品的色谱图

表5 4种实际样品的定量值 (mg/mL)

编号	化合物名称	样品1	样品2	样品3	样品4
1	DMC	278.7	284.1	291.2	301.9
2	EMC	283.5	-	294.9	-
3	VC	-	-	-	-
4	DEC	-	277.6	-	290.3
5	FEC	-	-	-	-
6	EC	402.8	397.0	402.5	414.5
7	PC	-	-	-	-
8	PS	-	-	-	-

## ■ 结论

在锂离子电池电解液中常用的8种碳酸酯和添加剂的标准溶液中，得到了高分离度的色谱图。另外，校准曲线的线性和重复性也获得了良好的结果。

另外，通过分析市售的电解液样品，证明了Brevis GC-2050是简单易用的定量工具。

岛津应用云



Brevis 是岛津制作所株式会社或其相关公司在日本及其他国家 / 地区的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2024年2月