

AA-7800 火焰原子吸收光谱法测定锂电池正极材料中锂元素含量

AAS-130

摘要：本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》（征求意见稿），使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了测定锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，检出限低，准确度高，重复性好，适用于锂电池正极材料中锂元素含量的测定。

关键词：AA-7800 火焰法 锂电池正极材料 锂含量

技术特点：

- ❖ 前处理方法简单，可高效地处理锂电池正极材料样品。
- ❖ AA-7800 火焰分析稳定性高，检出限低，准确度高，满足标准要求。

锂离子电池是一种二次电池（充电电池），它主要依靠锂离子在正极和负极之间移动来工作。在充放电过程中， Li^+ 在两个电极之间往返嵌入和脱嵌。锂元素作为锂离子电池材料中重要组成成份，其含量对电池的性能有着显著影响，对锂离子电池材料中锂含量的测定可为电池材料的评价和电池性能判

定提供参考。

本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》（征求意见稿），使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了测定锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量的方法，方法准确可靠，满足标准测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计



图 1 岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

| 元素 | 波长 (nm) | 狭缝 (nm) | 灯电流 (mA) | 点灯方式 | 火焰类型 | 燃气流量 (L/min) | 助燃气流量 (L/min) | 燃烧头偏转角度 (°) |
|----|---------|---------|----------|---------|-----------------------------------|--------------|---------------|-------------|
| Li | 670.8 | 0.7 | 8 | NON-BGC | Air-C ₂ H ₂ | 1.8 | 15.0 | 10 |

1.3 实验室器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 小时后,用去离子水冲洗,干燥备用;实验用硝酸、盐酸为优级纯;实验用水为超纯水。

1.4 样品前处理

(1) 磷酸铁锂: 精确称取 0.2 g 样品于聚四氟乙烯微波消解罐中,用水湿润,加入 6 mL 浓盐酸、2 mL 浓硝酸,置于微波消解仪中进行消解(10 min 升至 180°C,再用 10 min 升至 220°C,保持 30 min)。待消解完成后冷却至室温,取出,将消解罐中的溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再精确移取 1 mL 样品、1 mL 20% 氯化钾溶液于 100 mL 容量瓶中,0.5% 硝酸溶液稀释至刻度,混匀待测。同法制备平行样和加标回收样品。

(2) 镍钴锰酸锂、钴酸锂: 精确称取 0.2 g 样品于聚四氟乙烯消解管中,用水湿润,加入 20 mL 盐酸(1+1),放于电热板上加热溶解完全,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再精确移取 1 mL 样品、1 mL 20% 氯化钾溶液于 100 mL 容量瓶中,0.5% 硝酸溶液稀释至刻度,混匀待测。同法制备平行样和加标回收样品。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 0.5% 硝酸溶液配制系列浓度为 0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、7.50 mg/L、10.0 mg/L 的 Li 标准溶液,同时标准曲线中氯化钾的浓度为 0.2%。标准曲线见图 2。

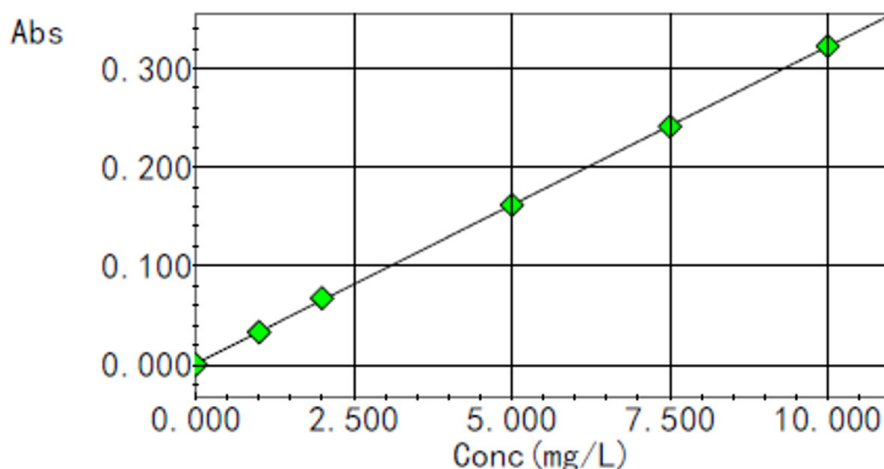


图 2 Li 元素标准曲线 ($Abs=0.032037Conc+0.0016417$, $r=1.0000$)

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按样品称量 0.2 g，定容至 50 毫升后稀释 100 倍测试，计算方法检出限和定量限，结果见下表 2 所示。

表 2 方法检出限及定量限

| 元素 | 仪器检出限 (mg/L) | 方法检出限 (%) | 方法定量限 (%) |
|----|--------------|-----------|-----------|
| Li | 0.03 | 0.08 | 0.27 |

2.3 样品测试结果

分别对磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂样品进行测定，样品锂元素含量的分析结果见表 3。

表 3 样品测试结果

| 样品 | 测定值 (mg/L) | 测定结果 (%) | RSD (% , n=3) | 加标量 (mg/L) | 加标回收率 (%) | RSD (% , n=3) |
|-------|------------|----------|---------------|------------|-----------|---------------|
| 磷酸铁锂 | 1.761 | 4.40 | 0.35 | | 97.6 | 0.40 |
| 镍钴锰酸锂 | 2.831 | 7.08 | 0.33 | 2.00 | 99.3 | 0.39 |
| 钴酸锂 | 2.782 | 6.95 | 0.49 | | 104 | 0.32 |

■ 结论

本文参考《锂离子电池材料中锂含量的测定方法 原子吸收光谱法》(征求意见稿)，使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了测定锂电池正极材料磷酸铁锂、镍钴锰酸锂、钴酸锂中锂元素含量的方法。结果显示：方法线性良好 ($r=1.0000$)，方法检出限低，测定精密度好 ($RSD < 0.49\%$)，准确度高 (加标回收率 97.6%~104%)，满足标准测定要求。

岛津应用云

