

# ICPE-9820测定锂离子电池正极材料磷酸铁锂中磁性异物含量

ICP-198

**摘要：**本文参考《GB/T 41704-2022 锂离子电池正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定》标准，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了测定锂离子电池正极材料磷酸铁锂中磁性异物含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9995$ ），灵敏度高，方法检出限为 0.05~0.65  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间，测定结果准确，加标回收率在 92.0%~105% 之间，重复性良好，适用于锂离子电池正极材料磷酸铁锂中磁性异物的测试。

**关键词：**ICPE-9820 锂离子电池 正极材料 磷酸铁锂 磁性异物

## 技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，减少 40% 氩气消耗成本。
- ❖ 轴向观测，灵敏度高，稳定性好。

锂离子电池因具有能量密度高、输出电压高、循环寿命长、环境污染小等特点，在新能源汽车和储能等领域大规模使用。锂离子电池正极材料中磁性异物会引起电池内短路而出现自放电现象，从而导致电池安全性能降低，影响电池的一致性、可靠性和安全性。

磁性物质是指可以被磁感应强度不小于 0.5 T 磁棒吸附的杂质，通常为铁、铬、镍、锌的单质或化合物。磁性异物含量是衡量锂离子电池正极材料安全性能

的重要指标，因此建立锂离子电池正极材料中磁性异物含量测试方法非常必要。

本文参考标准《GB/T 41704-2022 锂离子电池正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定》，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对锂离子电池正极材料磷酸铁锂中磁性异物 Cr、Fe、Ni、Zn 含量进行了测试，灵敏度高，满足锂离子电池正极材料中磁性异物测试需求。

## 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 1.2 仪器条件

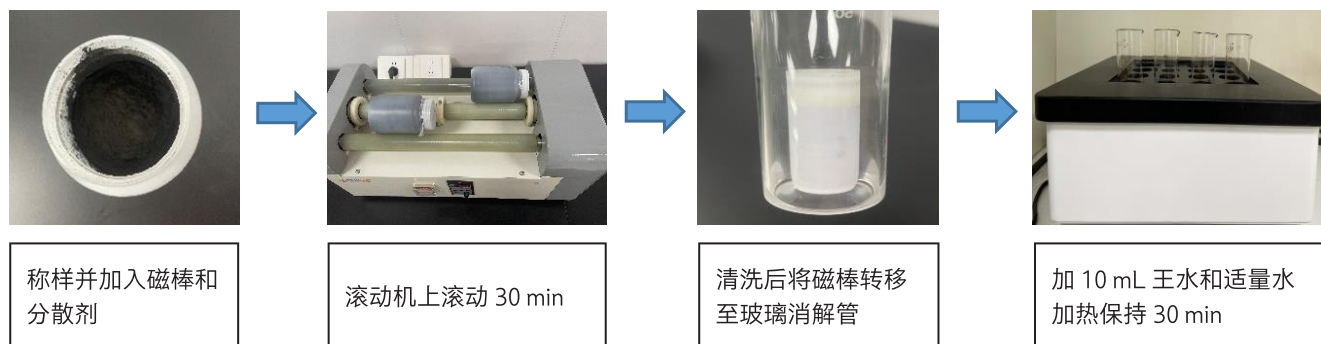
表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.60 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

## 样品前处理

称取约 100 g 磷酸铁锂样品于塑料样品罐中，加入 300 mL 水作为分散剂，放入磁棒，旋紧罐盖，充分摇匀后置于滚动机上在 60 r/min 的条件滚动 30 min。取出磁棒置于干净的烧杯中，用去离子水清洗后，加入 50 mL

水在超声波清洗仪中超声 20 s，重复清洗 3 次。将磁棒转移至玻璃消解管中，加入 10 mL 王水后加水没过磁棒，置于热板中 95°C 保持 30 min，冷却，将溶液转移至 50 mL 容量瓶中定容。随同样品制备空白。



## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液配制

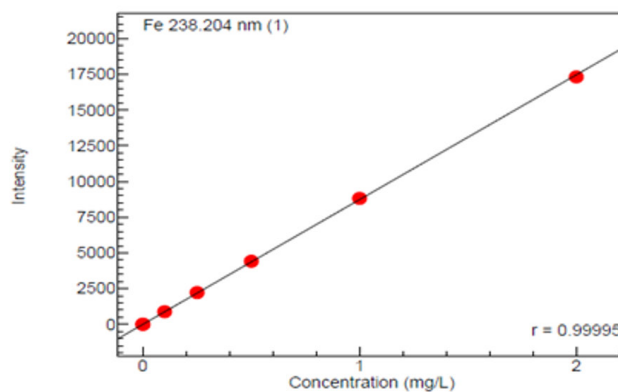
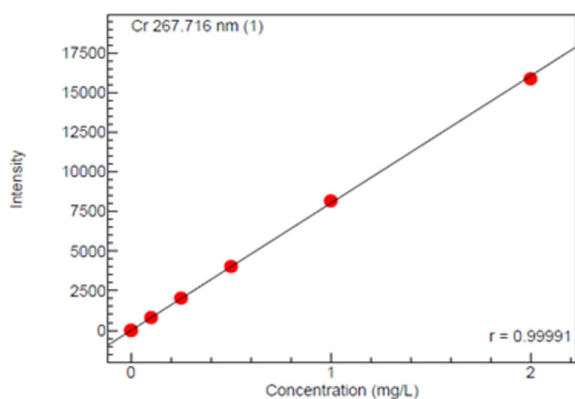
使用体积比 3% 硝酸配制各元素混合标准溶液系列，标准溶液浓度见表 2。

表 2 标准曲线系列浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cr	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
Fe	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
Li	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
Ni	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
Zn	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00

### 3.2 标准曲线及轮廓图

元素标准曲线见图 1。



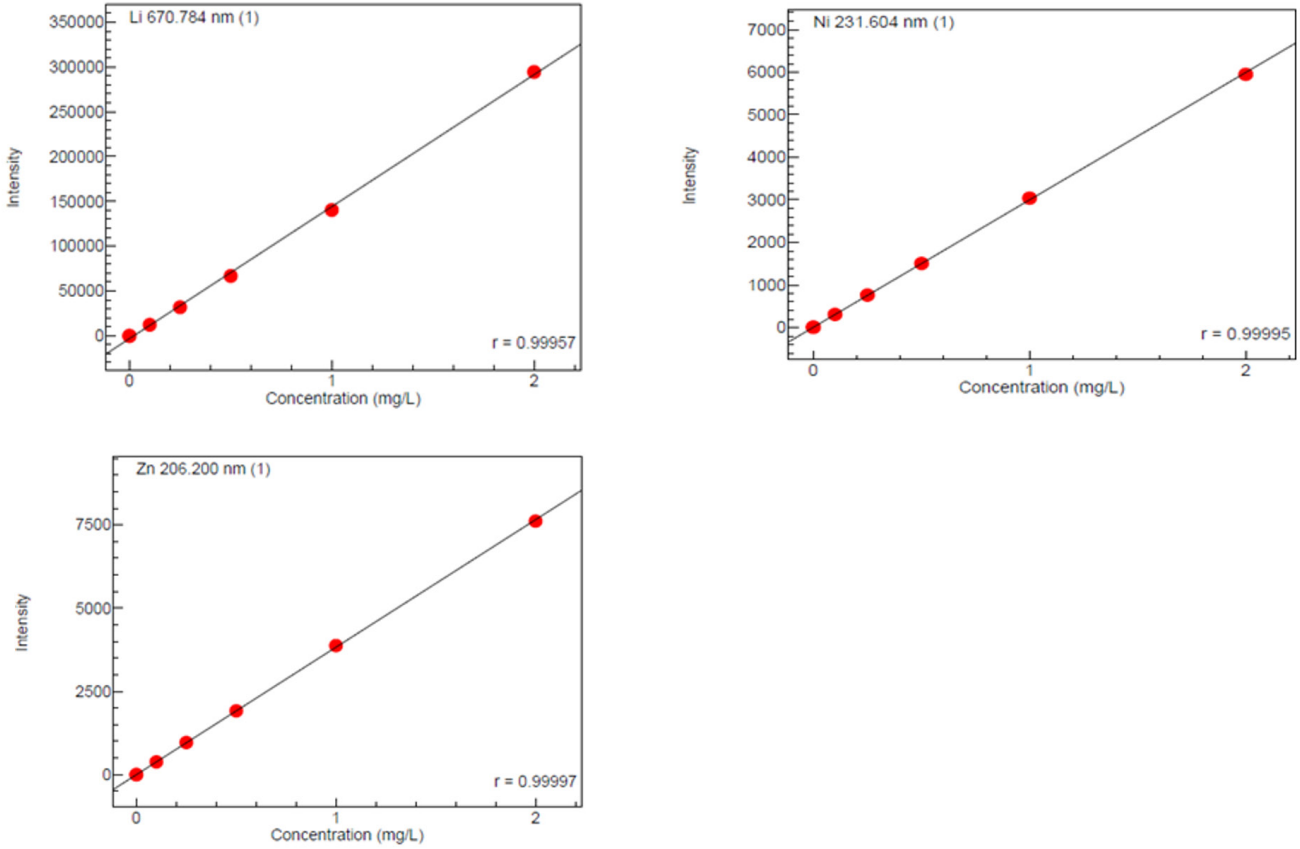
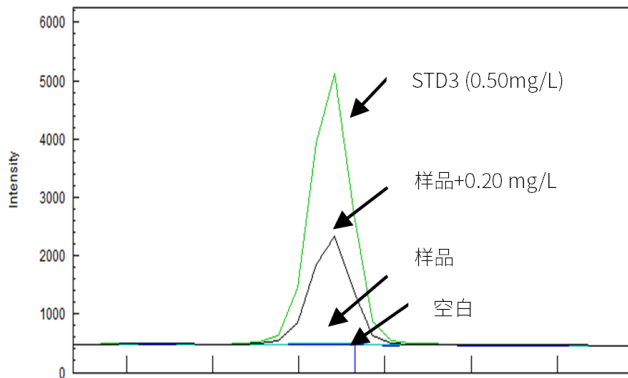


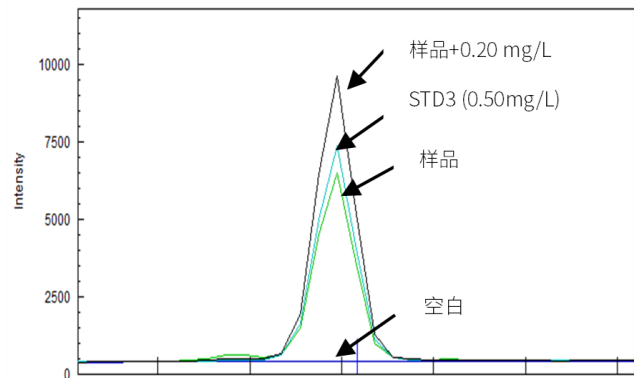
图 1 标准曲线图

元素谱峰轮廓见图 2。

Cr 267.716 Best  
条件1



Fe 238.204 Best  
条件1



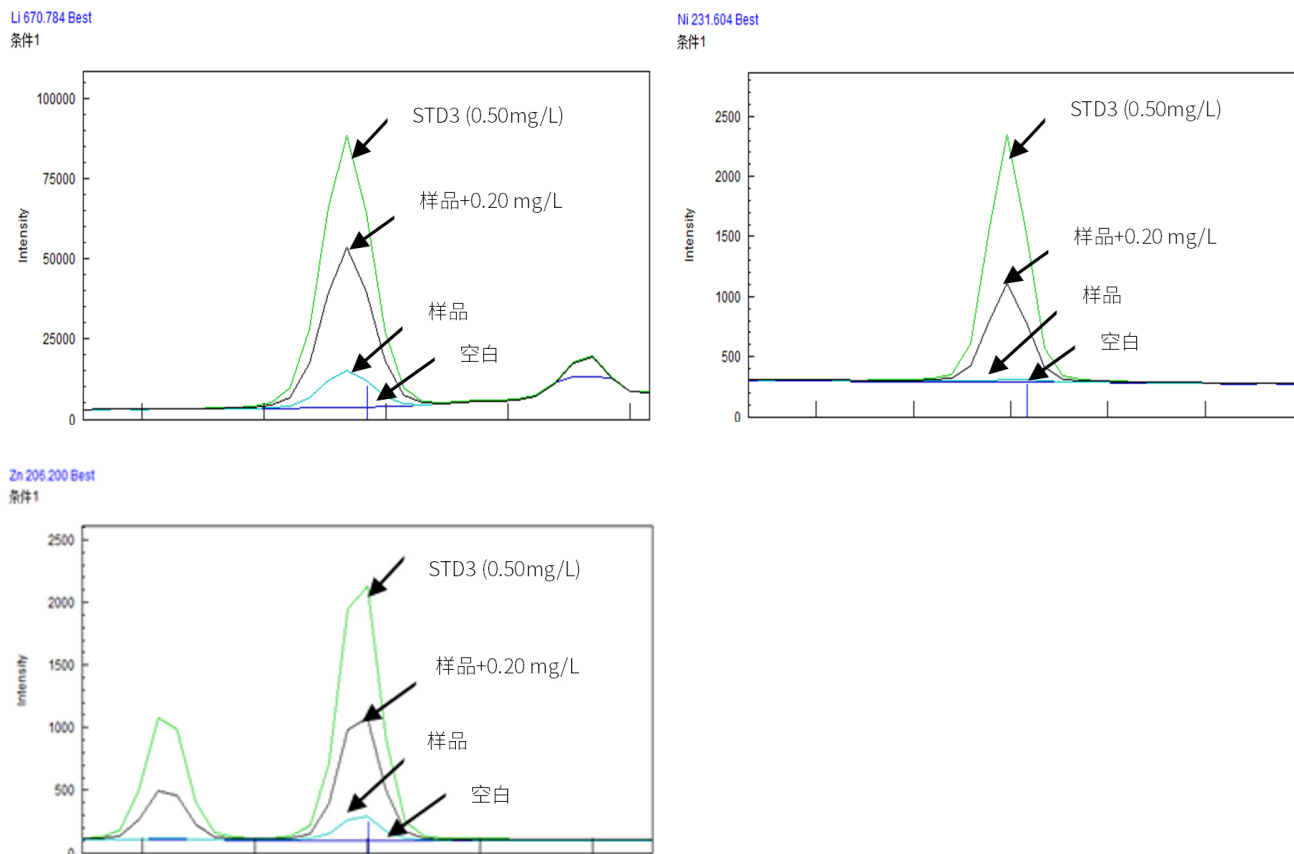


图 2 谱峰轮廓图

### 3.3 检出限

使用样品空白溶液测定 10 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 100 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 3。

表 3 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (μg/kg)	方法定量限 (μg/kg)
Cr	267.716	轴向	0.19	0.63
Fe	238.204	轴向	0.27	0.88
Li	670.784	轴向	0.05	0.15
Ni	231.604	轴向	0.65	2.15
Zn	206.200	轴向	0.50	1.90

### 3.4 样品结果

对样品溶液进行测定，测定结果见表 4。

表 4 磷酸铁锂中磁性异物测定结果

元素	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (µg/kg)	RSD (% , n=6)	加标浓度 (mg/L)	回收率 (%)	磷酸铁锂中磁性物质含量 Cr+Fe+Ni+Zn (µg/kg)
Cr	0.0030	1.500	5.14	0.20	98.0	57.750
Fe	0.577	33.700	0.22	0.20	92.0	
Li	0.0637	--	0.66	0.20	105	
Ni	N.D.	N.D.	--	0.20	98.0	
Zn	0.0451	22.550	0.24	0.20	97.4	

注：1) N.D. 表示未检出；2) Fe 的测定结果采用了扣 Li 法，计算公式为：

$$\frac{(C_{Fe} - a \times 8 \times C_{Li}) \times V \times 10^3}{m}$$

$C_{Fe}$ —扣除空白后溶液中 Fe 的浓度，单位 mg/L；

$C_{Li}$ —扣除空白后溶液中 Li 的浓度，单位 mg/L；

a—换算系数，正极材料中 Li 与 Fe 的摩尔比；

V—测试溶液体积，单位 mL；

m—称取样品质量，单位 g；

## ■ 结论

本文参考《GB/T 41704-2022 锂离子电池正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定》，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对锂离子电池正极材料中磁性异物含量进行了测试，灵敏度高，稳定性好，满足锂离子电池正极材料中磁性异物测试需求。

岛津应用云

