



# SCION(赛里安)456i对锂电池电解液的测定

## 前言

电解液是锂电池的四大关键材料之一，电解液由溶剂、溶质和添加剂等原料在一定条件下，按一定比例配制而成。其中溶剂质量占比最高，溶质成本占比最高，溶质价格的波动是影响电解液价格的主要因素；电解液采用混合溶剂体系，目前95%溶剂以碳酸二甲酯(DMC)、碳酸乙烯酯(EC)、碳酸甲乙酯(EMC)等碳酸酯类为主。

## Abstract

本文介绍赛里安456i气相色谱仪配置FID检测器，用气相色谱法对锂电池电解液中12种有机化合物的定性定量分析。实验结果可靠，且线性良好，仪器运行稳定，灵敏度高。

## Author:

天美仪拓实验室设备(上海)有限公司 色谱市场部

实验部分

仪器

SCION(赛里安)456i气相色谱仪



气相参数

|        |                           |
|--------|---------------------------|
| 进样口温度： | 270℃                      |
| 色谱柱：   | Scion-1 30m×0.25mm×0.25μm |
| 分流比：   | 20:1                      |
| 升温程序：  | 45℃，5min；5℃/min，140℃，1min |
| 检测器：   | FID                       |
| 进样方式：  | 直接进样                      |

试剂及标准品

12种有机化合物：氟苯、丙酸乙酯、碳酸甲乙酯、碳酸二乙酯、丙酸正丙酯、碳酸亚乙烯酯、氟代碳酸乙烯酯、碳酸乙烯酯、碳酸丙烯酯、1, 3, 2-二 噁唑嗪吩-2, 2-二氧化物、1, 3-二丙烷磺内酯、己二腈；试剂：乙酸乙酯HPLC级。

结果

示例图谱

12种有机化合物灵敏度和分离度效果均优异，见图1。

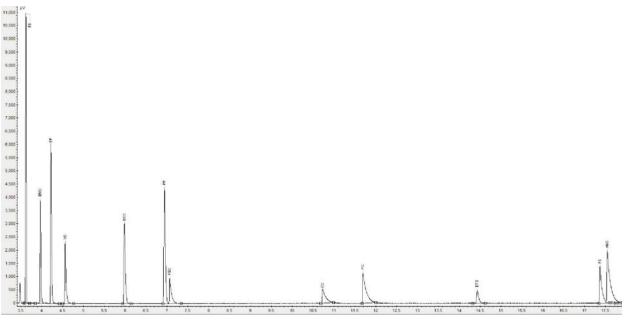


图1 12种有机化合物示例色谱图

标准曲线

12种有机化合物标准品在20-150mg/l范围内的校正曲线，线性关系良好，相关系数R²≥0.9992以上。详见图2与表1。

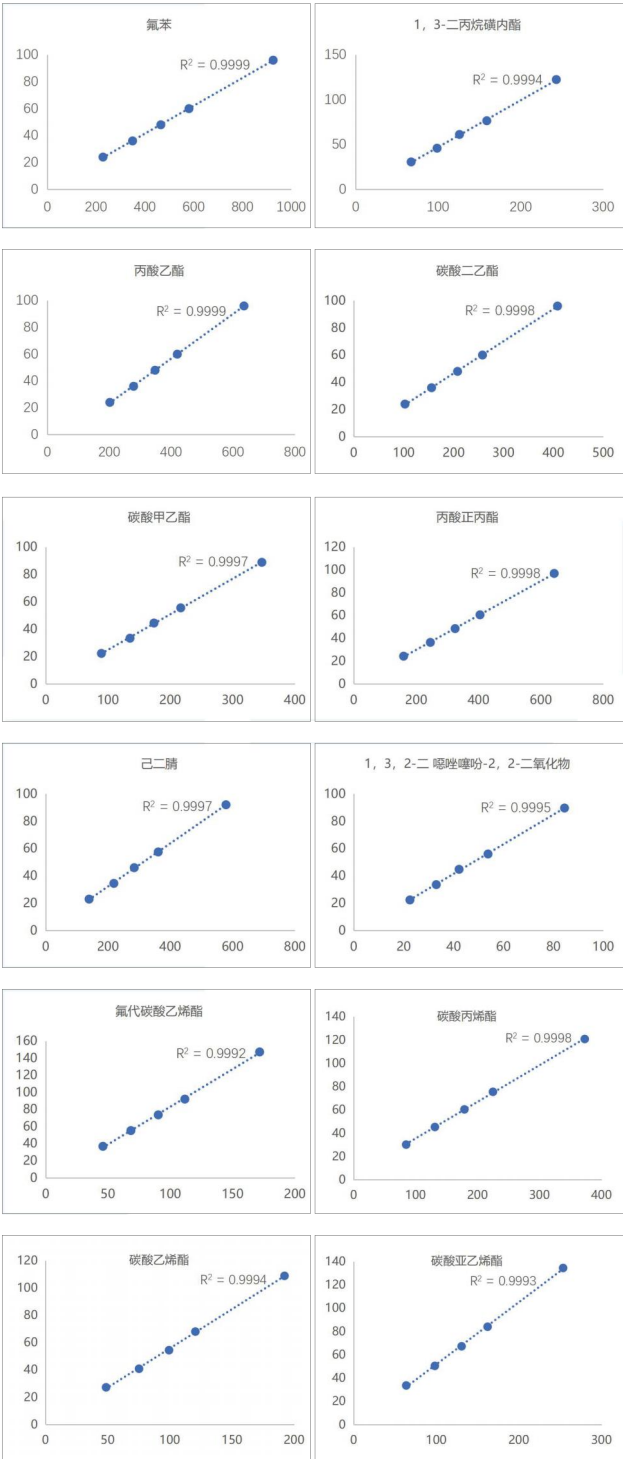


图2 12种有机化合物标准曲线

表1 12种有机化合物曲线结果

| 序号 | 化合物     | CAS号        | 保留时间 (min) | R²     |
|----|---------|-------------|------------|--------|
| 1  | 氟苯      | 462-06-6    | 3.62       | 0.9999 |
| 2  | 碳酸甲乙酯   | 623-53-0    | 3.97       | 0.9997 |
| 3  | 丙酸乙酯    | 105-37-3    | 4.21       | 0.9999 |
| 4  | 碳酸亚乙烯酯  | 872-36-6    | 4.56       | 0.9993 |
| 5  | 碳酸二乙酯   | 105-58-8    | 5.98       | 0.9998 |
| 6  | 丙酸正丙酯   | 106-36-5    | 6.94       | 0.9998 |
| 7  | 氟代碳酸乙烯酯 | 114435-02-8 | 7.06       | 0.9992 |

表1 12种有机化合物曲线结果

| 序号 | 化合物                      | CAS号      | 保留时间<br>(min) | R <sup>2</sup> |
|----|--------------------------|-----------|---------------|----------------|
| 8  | 碳酸乙烯酯                    | 96-49-1   | 10.73         | 0.9994         |
| 9  | 碳酸丙烯酯                    | 108-32-7  | 11.69         | 0.9998         |
| 10 | 1,3,2-二噁唑嗪<br>吩-2,2-二氧化物 | 1072-53-3 | 14.43         | 0.9995         |
| 11 | 1,3-二丙烷磺内酯               | 1120-71-4 | 17.37         | 0.9994         |
| 12 | 己二腈                      | 111-69-3  | 17.55         | 0.9997         |

重现性

12种有机化合物峰面积RSD%≤3.48%, (n=6), 保留时间RSD%≤0.03 (n=6) 见表2。

表2 12有机种化合物峰面积RSD、保留时间RSD

| 序号         | 氟苯峰面积<br>μAu*min | 氟苯保留时间<br>min | 碳酸甲乙酯峰<br>面积μAu*min | 碳酸甲乙酯保留<br>时间min | 丙酸乙酯峰面积<br>μAu*min | 丙酸乙酯保留<br>时间min |
|------------|------------------|---------------|---------------------|------------------|--------------------|-----------------|
| 1          | 218              | 3.62          | 95.3                | 3.97             | 162.9              | 4.21            |
| 2          | 223.3            | 3.62          | 97.5                | 3.97             | 166.8              | 4.22            |
| 3          | 220.9            | 3.62          | 95.2                | 3.97             | 164.5              | 4.22            |
| 4          | 221.9            | 3.62          | 96.3                | 3.97             | 165.7              | 4.21            |
| 5          | 223.4            | 3.62          | 96.9                | 3.96             | 166.3              | 4.21            |
| 6          | 220.3            | 3.62          | 95.2                | 3.97             | 163.6              | 4.21            |
| 平均值        | 221.3            | 3.62          | 96.1                | 3.96             | 165                | 4.22            |
| Std Dev(n) | 1.9              | 0             | 0.9                 | 0                | 1.4                | 0               |
| Rsd%       | 0.85             | 0.03          | 0.93                | 0.02             | 0.88               | 0.02            |

| 序号         | 碳酸亚乙烯酯<br>峰面积μAu*min | 碳酸亚乙烯酯<br>保留时间min | 碳酸二乙酯峰<br>面积μAu*min | 碳酸二乙酯保留<br>时间min | 丙酸正丙酯峰面<br>积μAu*min | 丙酸正丙保留<br>时间min |
|------------|----------------------|-------------------|---------------------|------------------|---------------------|-----------------|
| 1          | 73.2                 | 4.56              | 114.4               | 5.98             | 173.9               | 6.94            |
| 2          | 74.5                 | 4.56              | 116.8               | 5.98             | 177.9               | 6.94            |
| 3          | 73.2                 | 4.56              | 116.2               | 5.98             | 175.5               | 6.94            |
| 4          | 73.4                 | 4.56              | 116.5               | 5.98             | 176.9               | 6.94            |
| 5          | 74.1                 | 4.56              | 117                 | 5.98             | 177.5               | 6.94            |
| 6          | 72.8                 | 4.56              | 114.8               | 5.98             | 174.9               | 6.94            |
| 平均值        | 73.5                 | 4.56              | 115.9               | 5.98             | 176.1               | 6.94            |
| Std Dev(n) | 0.6                  | 0                 | 1                   | 0                | 1.4                 | 0               |
| Rsd%       | 0.82                 | 0.03              | 0.85                | 0.02             | 0.82                | 0.02            |

| 序号  | 氟代碳酸乙烯酯<br>峰面积μAu*min | 氟代碳酸乙烯酯<br>保留时间min | 碳酸乙酯峰<br>面积μAu*min | 碳酸乙酯保留<br>时间min | 碳酸丙烯酯峰面<br>积μAu*min | 碳酸丙烯保留<br>时间min |
|-----|-----------------------|--------------------|--------------------|-----------------|---------------------|-----------------|
| 1   | 52.3                  | 7.06               | 45.5               | 10.73           | 101                 | 11.7            |
| 2   | 53.5                  | 7.06               | 49.3               | 10.73           | 104.6               | 11.69           |
| 3   | 52.8                  | 7.07               | 44.9               | 10.73           | 104.1               | 11.7            |
| 4   | 53.4                  | 7.06               | 45.1               | 10.73           | 103.4               | 11.69           |
| 5   | 52.9                  | 7.07               | 46.7               | 10.73           | 105.5               | 11.7            |
| 6   | 53.1                  | 7.06               | 48.1               | 10.73           | 103.7               | 11.69           |
| 平均值 | 53                    | 7.06               | 46.6               | 10.73           | 103.7               | 11.69           |

表2 12有机种化合物峰面积RSD、保留时间RSD

| 序号         | 氟代碳酸乙烯酯<br>峰面积μAu*min              | 氟代碳酸乙烯酯<br>保留时间min              | 碳酸乙烯酯峰<br>面积μAu*min      | 碳酸乙烯酯保留<br>时间min      | 碳酸丙烯酯峰面<br>积μAu*min | 碳酸丙烯保留<br>时间min |
|------------|------------------------------------|---------------------------------|--------------------------|-----------------------|---------------------|-----------------|
| Std Dev(n) | 0.4                                | 0                               | 1.6                      | 0                     | 1.4                 | 0               |
| Rsd%       | 0.76                               | 0.02                            | 3.48                     | 0.03                  | 1.35                | 0.02            |
| 序号         | 1,3,2-二噁唑噻吩-2,2-二氧化物<br>峰面积μAu*min | 1,3,2-二噁唑噻吩-2,2-二氧化物<br>保留时间min | 1,3-二丙烷磺内酯<br>峰面积μAu*min | 1,3-二丙烷磺内酯<br>保留时间min | 己二腈峰面积<br>μAu*min   | 己二腈保留<br>时间min  |
| 1          | 27.3                               | 14.43                           | 83.5                     | 17.37                 | 172.4               | 17.55           |
| 2          | 26.8                               | 14.43                           | 85.4                     | 17.37                 | 175.4               | 17.55           |
| 3          | 26.6                               | 14.43                           | 84.1                     | 17.37                 | 173.3               | 17.55           |
| 4          | 26.7                               | 14.43                           | 85                       | 17.37                 | 175.1               | 17.55           |
| 5          | 27.3                               | 14.43                           | 84.7                     | 17.37                 | 174.7               | 17.55           |
| 6          | 26.3                               | 14.43                           | 84                       | 17.37                 | 172.8               | 17.55           |
| 平均值        | 26.8                               | 14.43                           | 84.4                     | 17.37                 | 173.9               | 17.55           |
| Std Dev(n) | 0.3                                | 0                               | 0.6                      | 0                     | 1.2                 | 0               |
| Rsd%       | 1.28                               | 0.01                            | 0.76                     | 0                     | 0.68                | 0               |

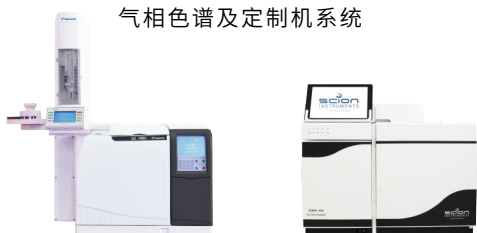
结论

本应用介绍了SCION(赛里安)456i气相色谱仪搭配FID检测器对锂电池电解液中12种有机化合物的检测方法。方法满足于锂电池电解液组分分析要求,具有灵敏度高,重复性好,线性好,检测结果准确可靠操作方便等优点。

# 全方位解决方案

为满足客户多方面样品分析需求,天美公司可提供从消耗品到进样系统全方位解决方案,如液体自动进样器、顶空进样器、多功能进样器、热解析仪、吹扫捕集浓缩仪等。

气相色谱及定制机系统



气质联用系统



色谱数据处理系统



离子色谱及氨基酸分析仪等液相色谱系统



色谱柱及消耗品



样品前处理及进样系统



**Techcomp 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司 Techcomp Instrument Co.,Ltd**

## 天美集团总部

香港新界葵涌永得利广场1座2606

☎ 852-27519488

✉ techcomp@techcomp.com.hk

## 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司

上海市松江新桥民益路 201号16幢

☎ 021-67687200

✉ techcomp@techcomp.cn

## 北京分公司

北京市朝阳区北苑路58号航空科技大厦1号楼4层

☎ 010-64010651

✉ techcomp@techcomp.cn

## 广州分公司

广州市海珠区南边路38号保利1918产业园自编20号楼A218

☎ 020-32644011

✉ techcomp@techcomp.cn

## 全国免费服务热线

400-810-7898

www.techcomp.cn

www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美色谱微信