

锂电池电解液中铁元素的检测

锂电池中电解液中的杂质对电池寿命有很大影响，所以对其的质量管控尤为重要。锂离子电池电解液作为离子传输的载体，溶剂一般为极性大且溶解能力高的环状碳酸盐或链状碳酸盐有机溶剂，主要包括碳酸乙烯酯、碳酸丙烯酯、碳酸二乙酯、碳酸二甲酯和碳酸甲乙酯等。有机溶剂中杂质含量直接决定了电解液的品质，其中金属杂质是检测重点。

日立直流偏振塞曼原子吸收光谱仪 ZA3000 系列可提供高精度的实时背景校正，且基线非常稳定，因此原吸墨炉法可以做在 ICP-AES 上检测困难的微量 Fe 元素。

一、仪器基本参数

INSTRUMENT CONDITIONS	MEASUREMENT PARAMETERS	GA AUTOSAMPLER
Element : Fe Instrument : Z-2010 Atomization : GA Wavelength : 248.3 nm Lamp Current : 12.5 mA Slit Width : 0.2 nm Cuvette : Platform HR	Meas. Mode : Working Curve Signal Mode : BKG Corrected Curve Order : Linear Calculation : Peak Height Time Constant : 0.1 sec Temp. Control : ON	Sample Volume : 30 μ L Addition : Speed : 4 MATRIX MODIFIER Matrix Modifier : Volume : Order :

二、升温程序和注意事项

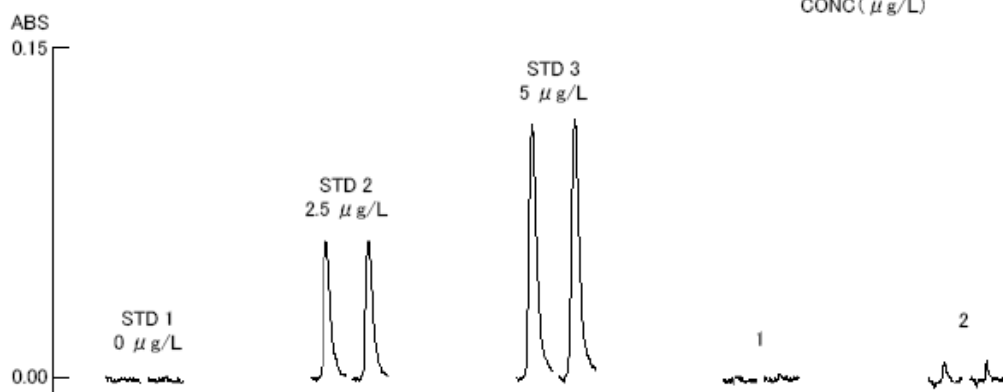
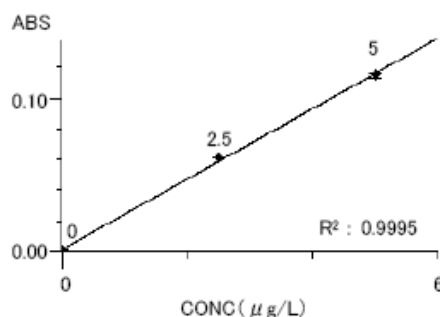
温度程序					NOTE
Stage	开始/结束温度 ($^{\circ}$ C)	升温/持续时间 (秒)	气体流量 (mL/min)	气体类型	校准曲线溶液是将 CONOSTAN 公司的油标准液在二甲苯里溶解配置。 进样针头需使用乙醇淋洗 2 次。
1 干燥	50 / 110	40 / 0	200	常规	
	110 / 300	20 / 0	200	常规	
2 灰化	700 / 700	20 / 0	200	常规	
3 原子化	2400 / 2400	0 / 3	0	常规	
4 净化	2800 / 2800	0 / 4	200	常规	

天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

三、测定结果

	CONC ($\mu\text{g/L}$)	平均ABS	SD	RSD	REF
STD 1	0.00	0.0007	0.0000	0.00 %	0.0052
STD 2	2.50	0.0611	0.0003	0.49 %	0.0085
STD 3	5.00	0.1151	0.0017	1.48 %	0.0127
1	ND	0.0015	0.0007	46.67 %	0.0034
2	0.25	0.0074	0.0004	5.41 %	0.3834



四、结果说明

在上述标准曲线为参考的情况下，样品 1 中没有检出 Fe 元素，样品 2 中 Fe 含量为 0.25ppb。如果要更为精细的滴定，标准曲线范围需要进一步缩小至少 10 倍。

五、仪器说明

日立 ZA3000 原子吸收光谱仪火焰和石墨炉均采用偏振塞曼背景校正方式，结合双检测器，同时监测样品光束和背景光束，彻底消除时间差与空间差，是真正的**实时双光束实时背景校正**仪器。其他原子吸收光谱仪火焰部分全部都采用氘灯背景校正，与氘灯背景校正相比较，塞曼背景校正有如下绝对优势：

1) 塞曼背景校正可以获得**稳定的基线**，测试结果稳定、可靠。ZA3000 的动态基线稳定性为 **0.0004Abs/30min**（如下图所示），该指标优于其他任何一家原吸一个数量级，因此数据重现性好，结果稳定可靠。稳定的基线使得该仪器**开机即测，无需预热**。

2) 对于临近谱线的干扰，即结构背景氘灯无法进行校正，而塞曼背景校正可以进行校正

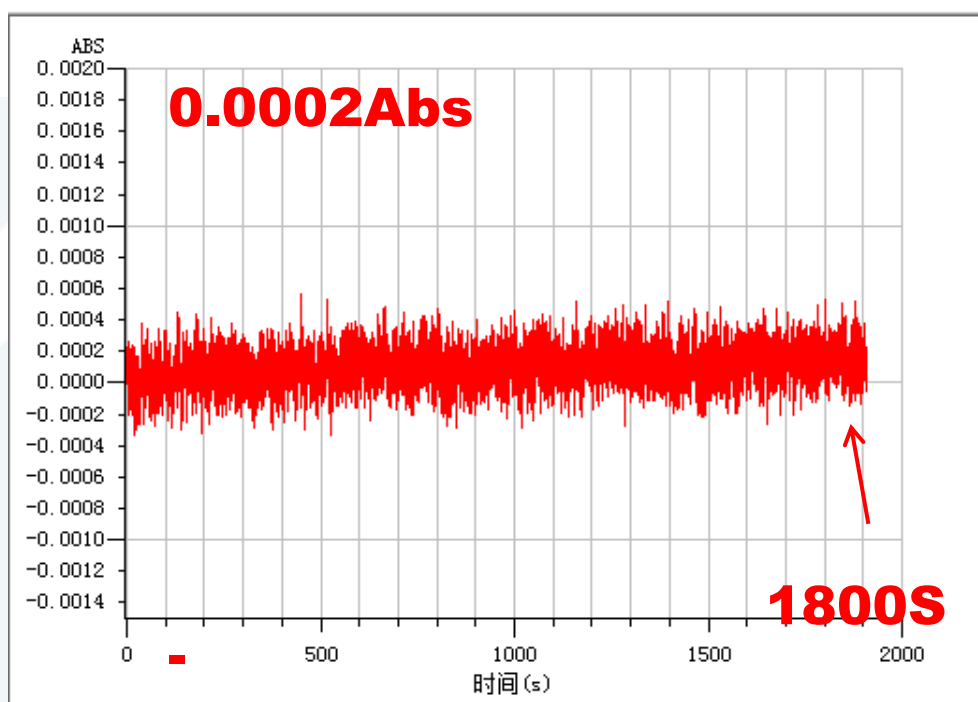
天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

3) 190-900nm 全波长范围内背景校正, 氘灯只有在 190-360nm 有能量, 超过 360nm 的可见区是无法进行背景校正的。而像锂 (670.8nm)、钠(589.0nm)、钾(766.5nm)、钡(553.6nm) 钙(422.7nm)、锶(460.7nm)、铬(359.3nm) 等长波长的元素氘灯无法校正背景。

4) 采用氘灯背景校正的仪器由于空心阴极灯和氘灯的光束无法完全拟合, 极易产生校正过度现象, 而塞曼背景校正完全不存在此问题。

5) 后期没用氘灯耗材成本, 节省费用。



动态基线稳定性 $\leq 0.0004\text{Abs}/30\text{mins}$

基线稳定性是光学系统、检测系统、机械系统等综合指标

测试方法: 依照国家计量检定规程《JJG 694-2009 原子吸收分光光度计》5.3.4 基线稳定性测试方法测试。