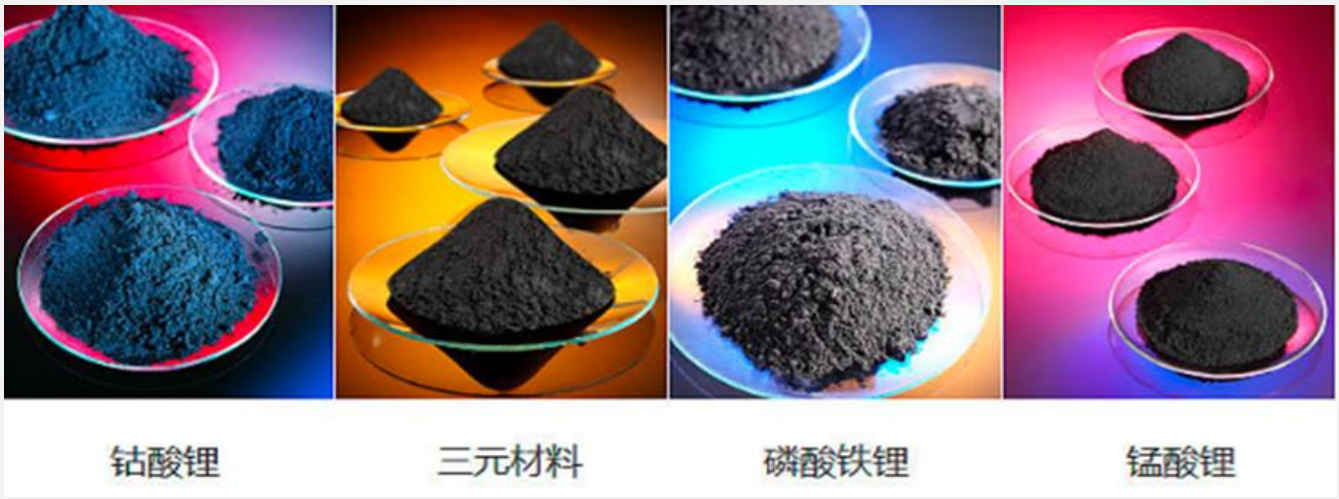
磷酸铁锂元素含量测定

磷酸铁锂与前驱体主量与杂质元素含量快速测定

应用概述



磷酸铁锂正极材料以其安全性和经济性，越来越受到重视。其前驱体为锂盐和磷酸铁，常用方法为固相合成法。磷酸铁前驱体中磷、铁含量及比例控制是产品质量的要素，磷酸铁锂中锂、铁、磷含量与摩尔比是锂离子电池性能的保证。

通常采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）测定杂质元素含量；火焰光度法测定锂含量；钼酸喹啉称量法测定磷含量；重铬酸钾滴定法测定铁含量等。采用多种分析方法繁琐且耗时耗力，无法满足生产过程中实时质量控制需求。

代表 XRF 发展水平的单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪，可以同步分析磷酸铁锂材料中主量元素以及微量杂质。采用全谱拟合的全息基本参数法（Holospec FP 2.0），结合 HS XRF，可精确测定锂（Li）含量。同时具备制样简单、分析速度快、成本低等特点，为磷酸铁锂材料元素测定提供先进的解决方案。

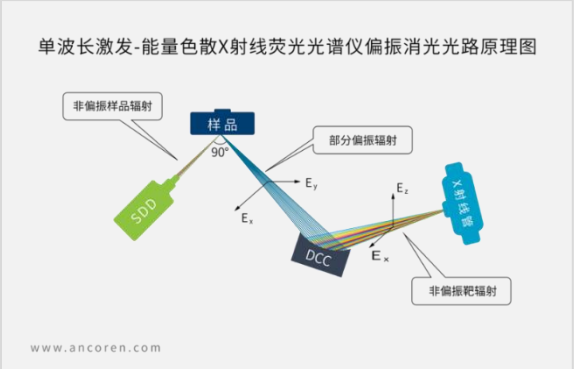
方法原理

1）硬件核心技术：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪（HS XRF®）

发明专利：ZL 2017 1 0285264.X

X 射线管出射谱经双曲面弯晶单色化聚焦入射样品，消除 X 射线管韧致辐射所产生的散射线背景，同时光路形成偏振消光光路，进一步降低单色化入射射线散射线背景。

聚焦激发，增加有限的 SDD 窗口面积接收样品元素荧光射线强度，实现对元素的高灵敏度检测。



2）软件核心技术：全息基本参数法（Holospec FP 2.0）

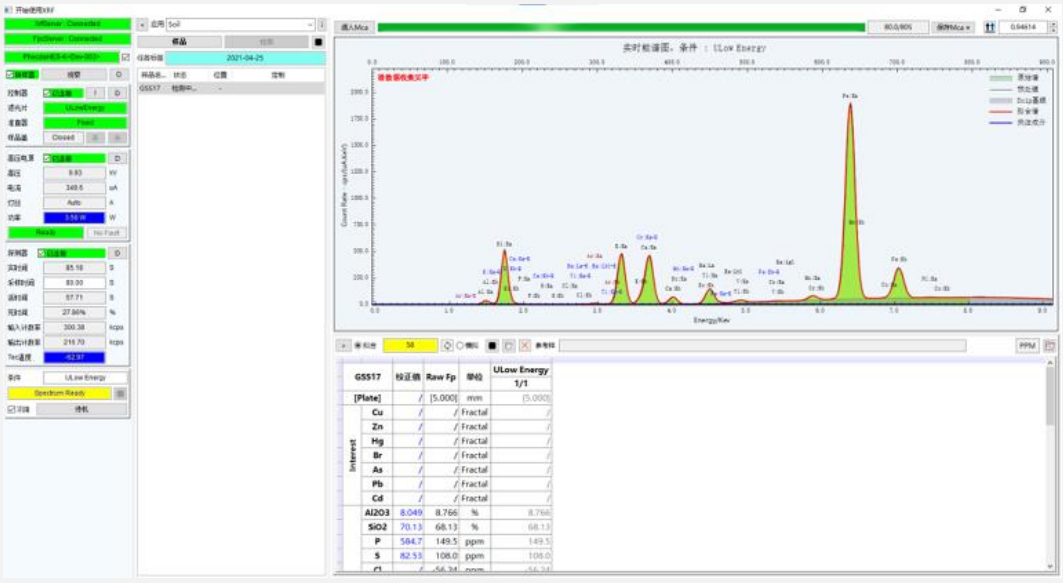
基本参数法（FP: Fundamental Parameters method）是 X 射线荧光领域的核心算法和研究重点。安科慧生研发人员历时十几年，颁布全息基本参数法-Holospec FP 2.0，将基本参数法的应用提升到前所未有的水平。

Holospec FP 与常规 FP 区别：

1) 全谱拟合：当前唯一采用全谱拟合的基本参数法
2) 完整性：基本参数库结合先进的数学模型（Advanced MM），从而完成对 XRF 整个物理学过程的数字化描述
3) 快速：CPU 多核并行运算结合 GPU 单元，采集谱图与海量运算同步完成
4) 可视化与支持用户开发：可视化图形界面与开放的参数设置

Holospec FP 功能与优势：

1) 通过精确计算消除（或减少）XRF 物理学各种效应
2) 达到元素无标定量分析精度
3) 减少标准物质要求，快速建立 XRF 元素分析方法
4) 提升元素定量精度和扩展样品适应性



全息基本参数法（Holospec FP 2.0）

性能数据

1．谱图

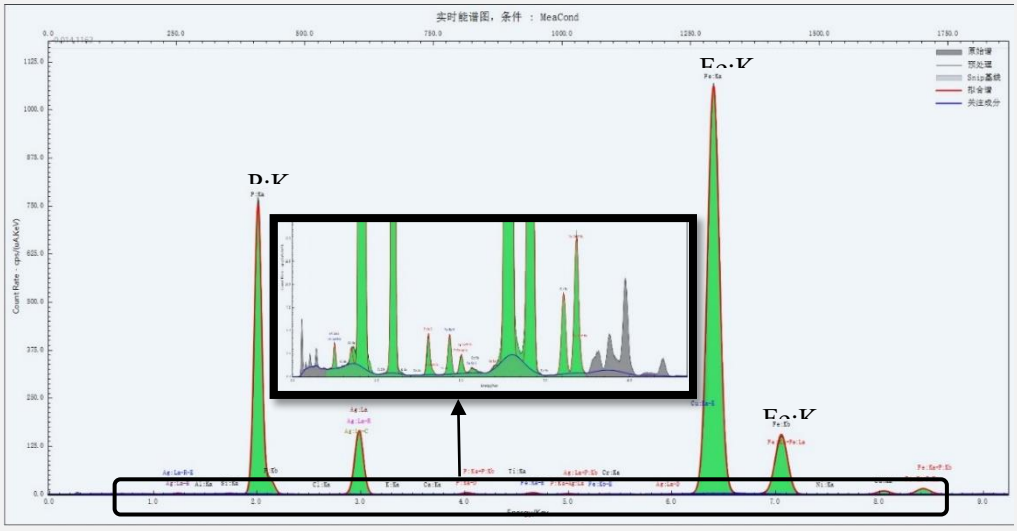


图 1：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪磷酸铁谱图

说明：采用单色化激发技术，取得对轻元素（P 等）极佳的灵敏度与分辨率，是重复性精度的保证。

2．重复性精度

表 1：磷酸铁重复性测试

样品名称	分析次数	Fe(%)	P(%)	O(%)	Fe/P 摩尔比
		Raw FP	Raw FP	Raw FP	
磷酸铁 101	1	36.39	20.65	42.68	0.9770
磷酸铁 101	2	36.37	20.66	42.69	0.9763
磷酸铁 101	3	36.32	20.67	42.72	0.9741
磷酸铁 101	4	36.36	20.66	42.70	0.9757
磷酸铁 101	5	36.37	20.66	42.70	0.9760
磷酸铁 101	6	36.37	20.66	42.69	0.9765
磷酸铁 101	7	36.38	20.66	42.69	0.9765
极差		0.068	0.020	0.040	0.003
SD		0.02	0.01	0.01	0.001
RSD		0.060%	0.035%	0.035%	0.094%

说明：磷酸铁前躯体，7 次平行制样，单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 MERAK-SC 与 Holospec FP 2.0 测试，具备比化学法更佳的重复性精度。

表 2：磷酸铁锂重复测试结果

重复次数	Fe(%)	P(%)	Li(%)
	Raw FP	Raw FP	Raw FP
1	34.33	20.23	4.48
2	34.33	20.18	4.49
3	34.37	20.25	4.47
4	34.34	20.21	4.48
5	34.34	20.16	4.49
6	34.31	20.18	4.49
7	34.36	20.18	4.48
极差	0.062	0.089	0.022
RSD(%)	0.062	0.157	0.151

3．准确性

表 3：磷铁锂准确性对比结果

样品名称	Fe(%)		P(%)		Li(%)	
	化学值	HS XRF	化学值	HS XRF	化学值	HS XRF
磷酸铁锂(DT)	34.50	34.58	19.43	19.42	4.51	4.56
LFP	34.85	34.94	19.43	19.39	4.55	4.49

说明：采用单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪与全息基本参数法，与化学法对比，均具有极佳的一致性，锂元素相对偏差＜0.05%。

优势特点

速度快

采用直接装杯压实或压片制样，单个分析时间 3 分钟；

重复性精度高

Li RSD~0.3%；Ni\Co\Mn RSD 优于 0.2%；

准确度

采用经严苛定量同类型样品校正，Li 准确度偏差＜0.03%；

元素分析范围宽

主量元素（Li、Ni、Co、Mn、Al、P、Fe）和杂质元素同步分析；

分析成本低

样品分析成本小于 10 元/个；

样品适应范围宽

从前驱体、正极材料到涂布层，提供完整元素分析解决方案；

测试流程

A. 压片制样

B. 粉末压实制样

方案展示

台式机：PHECDA-HES

台式机：MERAK-SC

台式机：MEGREZ-α

保密声明：安科慧生拥有单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪中国发明专利，未经公司允许，安科慧生官网资料，不得转发或用于商业宣传。