



# NCM(Li)元素含量与混合均匀性

## 三元锂电正极材料中 (Li\Ni\Co\Mn) 含量快速测定

——单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱与全息基本参数法

### 应用概述

三元正极材料由锂、镍、钴、锰盐等前驱体组成，其中混料环节直接影响最终产品质量，最为主要的是主量元素摩尔比和混样均匀性。行业通常采用化学滴定测定锂含量，采用 ICP 测定金属元素（镍、钴、锰以及杂质元素等）含量，方法繁琐且耗费大量人力物力，滞后于生产混样环节的连续性要求。

单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 PHECDA 系列可以同步分析三元材料中主量元素以及微量杂质，先进的全息基本参数法 (Holospec FP 2.0) 通过对全谱拟合，精确得到三元材料中锂 (Li) 含量。方法制样简单，分析速度快，为三元锂电材料元素定量分析提供更为精确与可行的解决方案。



### 方法原理

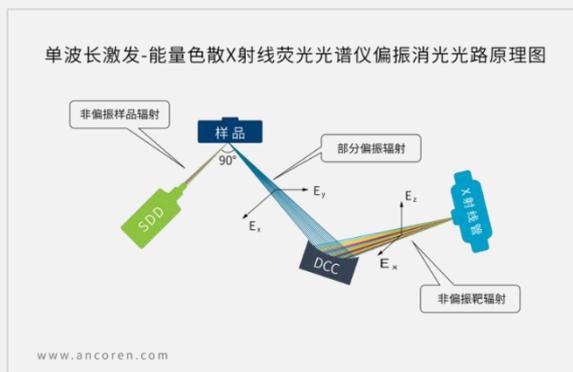
#### 1) 硬件核心技术：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 (HS XRF®)

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。

单波长激发-能量色散X射线荧光光谱仪偏振消光光路原理图



## 2) 软件核心技术：全息基本参数法 (Holospec FP 2.0)

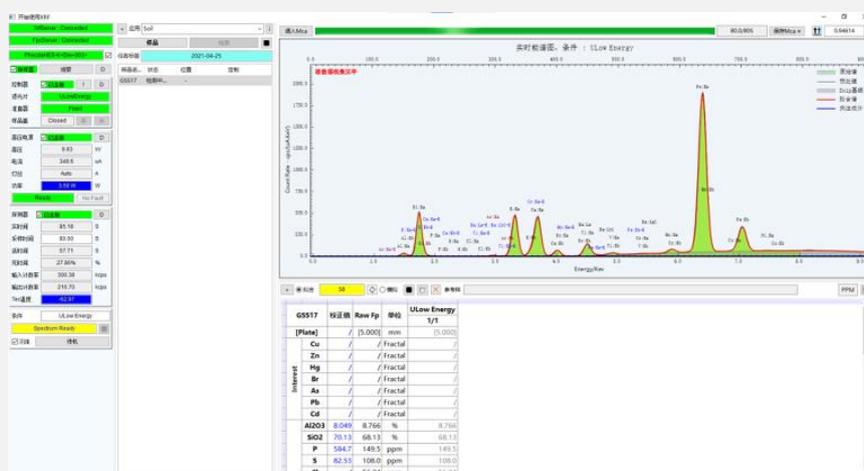
基本参数法 (FP: Fundamental Parameters method) 是 X 射线荧光领域的核心算法和研究重点。安科慧生研发人员历时十几年，颁布全息基本参数法-Holospec FP 2.0, 将基本参数法的应用提升到前所未有的水平。

### 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



## 性能数据

### 1. 重复性精度

表: 5 系 NCM 前驱体混合样重复性测试

单位: %

样品名称	次数	Li	Ni	Co	Mn
5 系样 3	1	5.38	25.33	5.41	13.62
	2	5.40	25.28	5.40	13.62
	3	5.41	25.27	5.39	13.61
	4	5.39	25.30	5.39	13.64
	5	5.39	25.29	5.41	13.65
	6	5.36	25.37	5.41	13.66
	7	5.37	25.34	5.40	13.64
AVERAGE		5.39	25.31	5.40	13.63
RSD		0.32%	0.14%	0.17%	0.13%

说明: 对于混合均匀的 NCM 正极材料, 7 次平行制样, 单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 PHECDA-ECO 与 Holospec FP 2.0 测定, Li- RSD < 0.35%, Ni/Co/Mn- RSD < 0.2%。

## 2. 准确性对比

表： NCM 与 NCA 实验室分析方法准确度对比

NCM 正极材料								
样品名称	Li(%)		Ni(%)		Co(%)		Mn(%)	
	测定值	HS XRF						
L-1	5.34	5.37	25.12	25.11	5.42	5.42	13.88	13.88
L-2	5.40	5.36	25.04	25.09	5.40	5.39	13.84	13.87
L-3	5.46	5.41	24.98	25.05	5.39	5.40	13.80	13.85
5系-1	4.55	4.56	26.88	26.83	5.75	5.78	14.45	14.47
5系-3	5.35	5.34	25.42	25.40	5.43	5.44	13.67	13.65
8系-3	5.31	5.29	35.42	35.50	4.85	4.87	2.44	2.42
8系-8	6.03	6.05	33.17	33.11	4.55	4.54	2.28	2.29
NCA 正极材料								
样品名称	Li(%)		Ni(%)		Co(%)		Al(%)	
	测定值	HS XRF						
H-1	5.21	5.20	37.72	37.75	4.06	4.05	5.41	5.35
H-2	5.29	5.34	37.42	37.35	4.04	4.01	5.36	5.37
H-3	5.41	5.37	36.98	37.12	3.98	4.02	5.30	5.34
9系-3	5.33	5.31	37.90	37.89	4.11	4.13	-	-

说明：1. 样品由前驱体相应比例均匀混合制样；

2. 采用准确定值样品建立校正曲线，与化学法对比，Li 测试偏差 < 0.05%，Ni/Co/Mn 测试偏差 < 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；

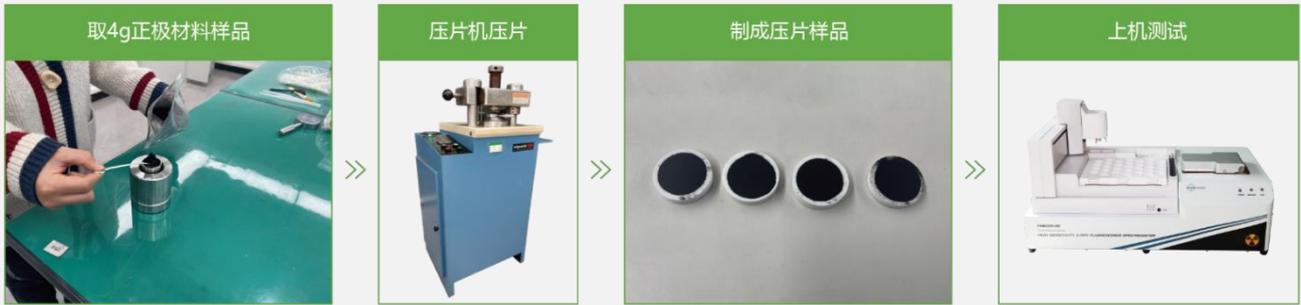


#### 样品适应范围宽

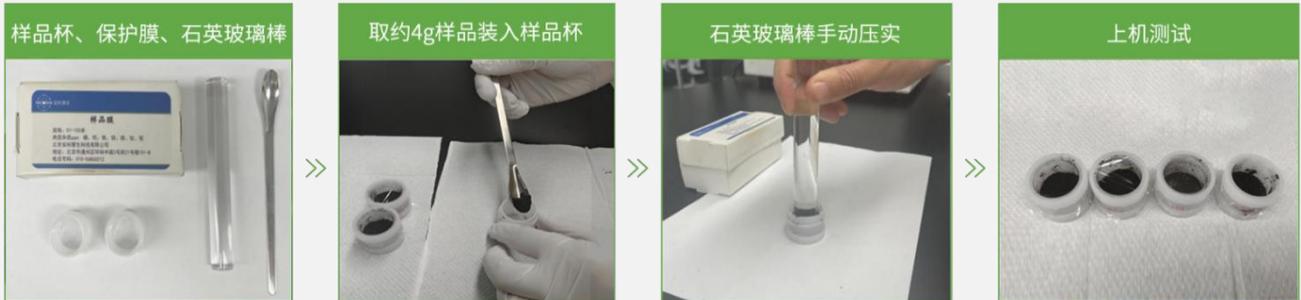
从前驱体、正极材料到涂布层，提供完整元素分析解决方案；

# 测试流程

## A. 压片制样



## B. 粉末压实制样



# 方案展示



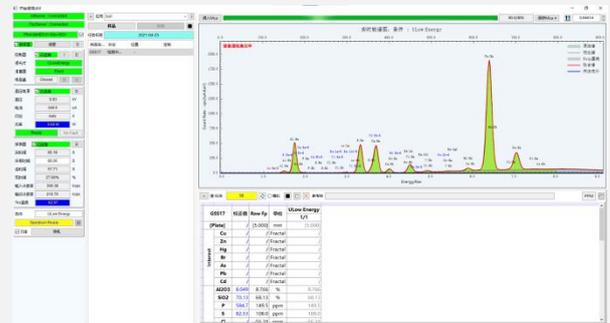
PHECDA-ECO (便携式)



PHECDA-HES (台式机)



MEGREZ-α



全息基本参数法 (Holospec FP 2.0)

**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。