

## 锂电池原料中 TOC 含量的测定

### 简介

采用 multi N/C 3100 总有机碳分析仪测定了粉末样品中的 TOC 含量。



### 基体

黑色细粉。

### 挑战

样品不溶于水，前处理复杂。

### 目的

测定 TOC 含量。

---

## 【材料与方法】

四个黑色粉末状样品，样品编号分别为 1#、2#、6#、10#。

样品不溶于水，采用客户提供的前处理方法：称取 1g（精确至 0.0001g）样品，加 20 mL 王水低温消解至完全，定容至 100 mL，用滤纸直接过滤，移取 10 mL 滤液定容至 50 mL（稀释 5 倍），用稀释液进行测试。

由于实验室没有硝酸，无法配制王水，故用发烟盐酸代替。采用加热板消解，温度 100 °C，时间 30 分钟。空白为 1 mL 发烟盐酸，前处理方法同样品一致。



图 1. 样品照片

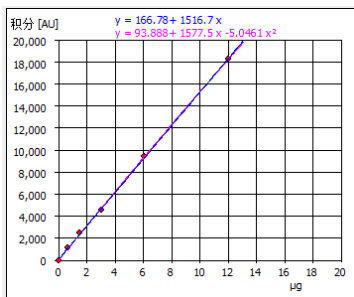
仪器型号为 multi N/C 3100 总有机碳/总氮分析仪，分析参数 NPOC，燃烧温度 850 °C，吹扫时间 240 s，进样体积 200 uL，清洗体积 1000 uL，最大积分时间 300 s。



图 2. multi N/C 3100 总有机碳/总氮分析仪

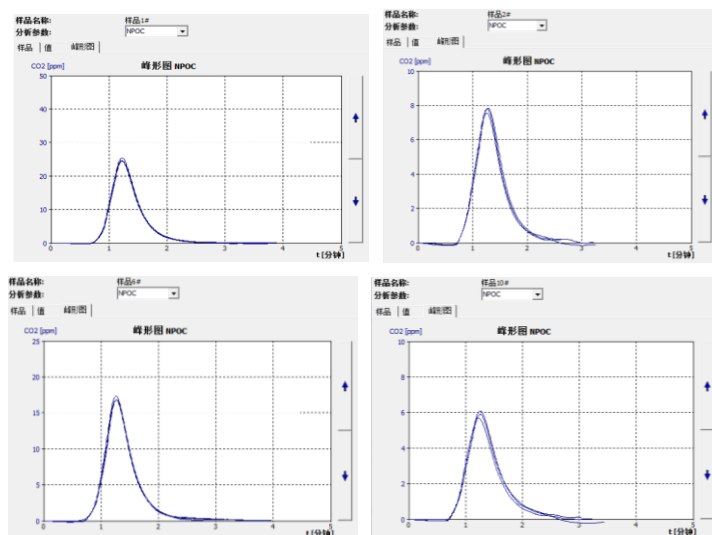
**【结果与讨论】**

**1、标准曲线**



**图 3. 标准曲线 (相关系数 0.99979)**

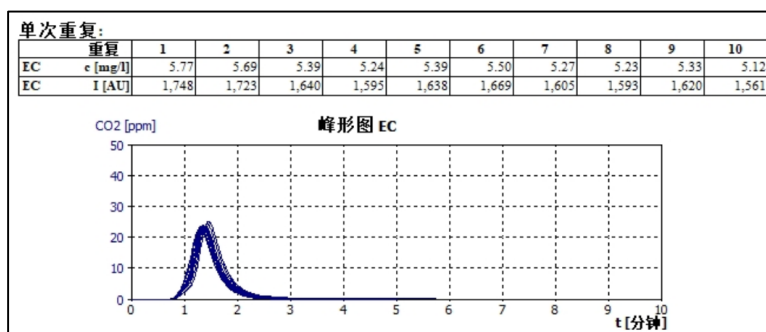
**2、样品峰形图**



**图 4. 四个样品峰形图**

**3、重复性实验**

测 1#样品 10 次, 其平均值=5.39, SD=0.2074, RSD=3.84%。



## 4、样品测定结果

表 1. 四个样品的测定结果

样品名称	测定值(mg/L)	扣空白值(mg/L)
10 mg/L 的标样	9.68	—
空白	0.82	—
样 1#	5.39	4.57
样 2#	1.34	0.52
样 6#	3.14	2.32
样 10#	1.00	0.18

注：表中“空白”为发烟盐酸，和样品保持相同的前处理方法。

## 5、重现性实验

三个不同时间，测 1#样品和 2#样品。

表 2. 样品 1#和样品 2#的重现性实验结果

1#样品		2#样品	
时间	测定值(mg/L)	时间	测定值(mg/L)
12:23	5.39	13:48	1.34
15:33	5.29	16:25	1.84
19:32	5.32	20:16	1.74

## 6、加标实验

用样品 1#做加标实验，加标量分别为 2 ppm、5 ppm、10 ppm、15 ppm。

表 3. 加标实验结果

样品名称	测定值(mg/L)	扣空白值(mg/L)	回收率*
空白	0.82	—	—
样品 1#	5.62	4.80	—
加标 2 ppm	7.58	6.76	98%
加标 5 ppm	10.77	9.95	103%
加标 10 ppm	16.57	15.75	109%
加标 15 ppm	22.73	21.91	114%

注：加标实验中，以样品 1#前三次结果的平均值做为测定值。

\* 回收率 = (加标值—样品值) / 加标量 × 100%

### 【实验结论】

- ✓ 本实验采用 multi N/C 3100 总有机碳/总氮分析仪，测定了样品中 TOC 的含量。
- ✓ 测试的重复性、重现性和准确性均得到了良好的结果。
- ✓ multi N/C 系列总有机碳/总氮分析仪，操作简单、自动化程度高，对于样品能够进行可靠分析。