

ANCOREN



RAY FLUORESCENCE

## 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



钴酸锂

三元材料

磷酸铁锂

锰酸锂

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。采用全谱拟合的快速基本参数法-Fast 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

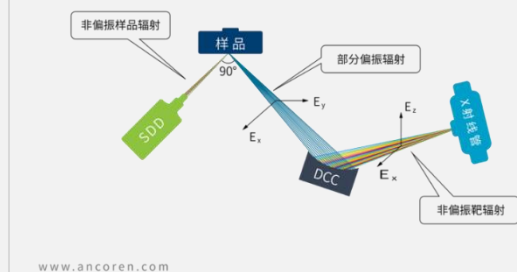
### 1) 硬件核心技术：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 (HS XRF®)

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 射线管轫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



快速基本参数法 Fast FP2.0

### 2) 软件核心技术：快速基本参数法 (Fast FP2.0®)

- 解决 XRF 基体效应、元素间吸收增强效应、探测器各种效应等对量定的不确定性；
- 基本参数库和先进数学模型相结合；
- 少量标样进一步提升元素定量精度；
- 快速基本参数法全谱拟合得到 Li 含量；

## 性能数据

### 1. 谱图

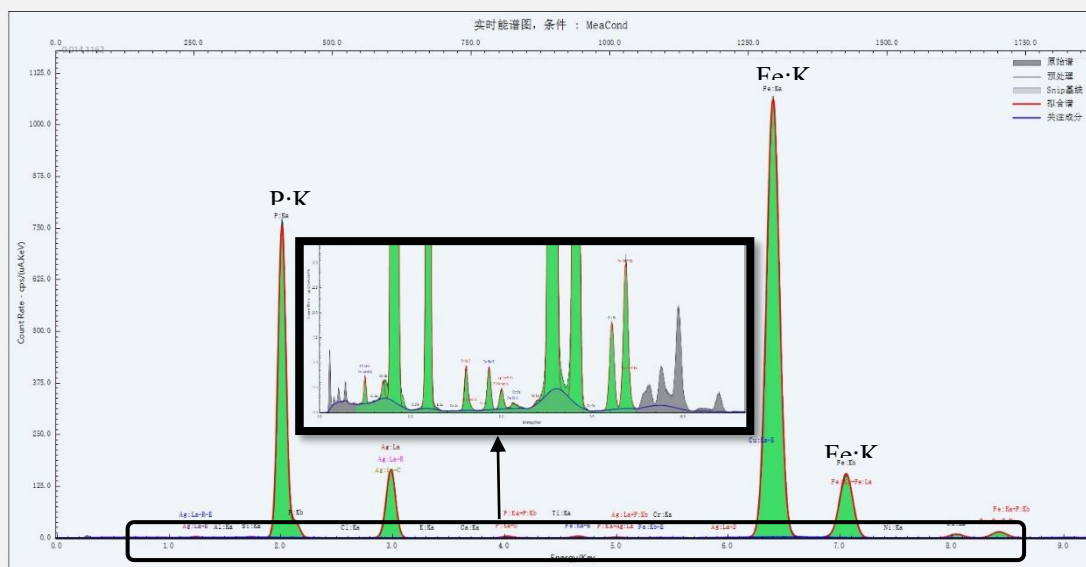


图 1：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪磷酸铁谱图

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 Fast FP2.0 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 射线荧光光谱仪与快速基本参数法，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

取4g正极材料样品



压片机压片



制成压片样品



上机测试



### B. 粉末压实制样

样品杯、保护膜、石英玻璃棒



取约4g样品装入样品杯



石英玻璃棒手动压实



上机测试



## 方案展示



台式机: PHECDA-HES



台式机: MERAK-SC



台式机: MEGREZ- $\alpha$

**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。