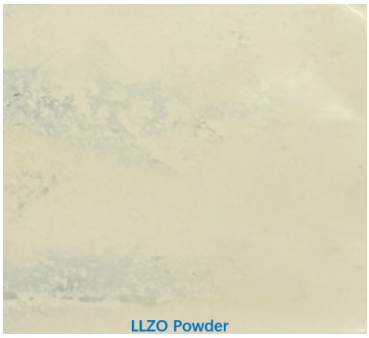
应用简讯

新能源技术

使用 Agilent ICP-OES 快速测定固态电解质 — 锂镧锆氧的主量元素和微量元素



作者

冯文坤
安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

本文建立了一种用于测定固态电解质锂镧锆氧（$Li_7La_3Zr_2O_{12}$，简称 LLZO）中的主量元素与微量元素的分析方法。该方法采用安捷伦电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)，通过优化分析流程和仪器工作条件，能够稳定可靠地测定 LLZO 样品中的各种主量元素和微量元素，为 LLZO 的质量控制与掺杂改性研究提供有力的技术支持。

前言

固态电解质作为新一代能源存储与转换技术的核心组成部分，其性能与质量直接决定了电池的安全性、能量密度及循环寿命等关键指标。LLZO 以其优异的化学稳定性、较高的离子电导率和良好的机械强度，成为备受关注的固态电解质材料，与之相关的研究正得到广泛开展。准确测定 LLZO 中的主量元素与微量元素含量，对明确其化学组成、优化制备工艺及评估材料性能具有重要的指导意义。

电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 是一种广泛应用的元素分析技术，具有灵敏度高、准确度和精密度优异、线性范围宽以及能够实现多元素同时快速测定等优势。在实际材料分析中，ICP-OES 对复杂基体的耐受能力较强，且具备良好的光谱干扰消除能力，是材料中主量元素和微量元素分析的理想手段。

本文采用安捷伦 ICP-OES 建立了一种用于 LLZO 中的主量元素和微量元素分析方法，实现了对主量元素 Li、La 和 Zr，掺杂元素 Al 和 Nb，以及杂质元素 As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na、Ni、P、Pb、S、Sr、Ta、Ti、V、W 和 Zn 的快速测定。针对 LLZO 的复杂基体效应，通过为各元素选择合适的观测模式与背景校正方式，确保了分析结果的可靠性。

实验部分

试剂和样品

高纯盐酸（CNW 品牌）购于上海安谱实验科技股份有限公司；实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水；所用标准溶液均为安捷伦公司产品，包括单元素标准溶液 (1000 mg/L)：锂（部件号 5190-8477）、镧（部件号 5190-8473）、锆（部件号 5190-8559）、铝（部件号 5190-8242）、钙（部件号 5190-8329）、铌（部件号 5190-8493）、锌（部件号 5190-8557）；以及多元素标准溶液：10 mg/L 多元素标准溶液 - 2A（部件号 8500-6940）、10 mg/L 多元素标准溶液 - 4（部件号 8500-6942）。

仪器和设备

采用安捷伦 ICP-OES 垂直炬管双向观测系统，其具有强大的高基体耐受能力，轴向观测模式对低浓度杂质元素的灵敏度较高。该仪器系统应用专有 CCI 冷锥技术，可有效去除尾焰干扰，并具有优异的深紫外区谱线检测能力；同时配备 Vista Chip II 检测器，处理速度达 1 MHz，能够在整个波长范围内实现一次测量、一次读出，在 1 min 内即可完成所有元素全谱线的测量，实现高通量、高灵敏度与宽动态范围分析。

其他主要实验设备包括 Mettler Toledo ME204E/02 万分之一电子天平、Millipore Milli-Q 超纯水系统和胜谱 HT-300 实验电热板。

ICP-OES 操作参数

参数	用于主量元素	用于微量元素
炬管	标配一体化炬管	标配一体化炬管
观测模式	径向观测	轴向观测/径向观测
观测高度	8 mm	15 mm（Na、K 径向）
雾化器	SeaSpray 同心雾化器	SeaSpray 同心雾化器
雾化室	双通道玻璃旋流雾化室	双通道玻璃旋流雾化室
读取时间 (s)	5	10
重复次数	3	3
样品提升时间 (s)	20	20
稳定时间 (s)	15	15
快速泵（rpm)	35	35
分析泵速（rpm)	12	12
RF 功率 (kW)	1.2	1.1
等离子体气流量 (L/min)	13.5	15
辅助气流量 (L/min)	1.1	1.2
雾化气流量 (L/min)	0.7	0.8
样品泵管	白色/白色	白色/白色
废液泵管	蓝色/蓝色	蓝色/蓝色

方法开发

IntelliQuant Screening 是一款独特且功能强大的方法开发工具，能够帮助分析人员更深入、清晰地掌握样品信息。其工作流程为：对样品进行快速全谱扫描后，通过高级 IntelliQuant 算法鉴定样品中含有的各元素（见图 1）；同时，该算法会评估分析物峰的强度、峰局部背景的一致性，以及样品中其他元素产生光谱干扰的可能性，进而自动筛选出使各元素获得最佳结果的波长（见图 2）。

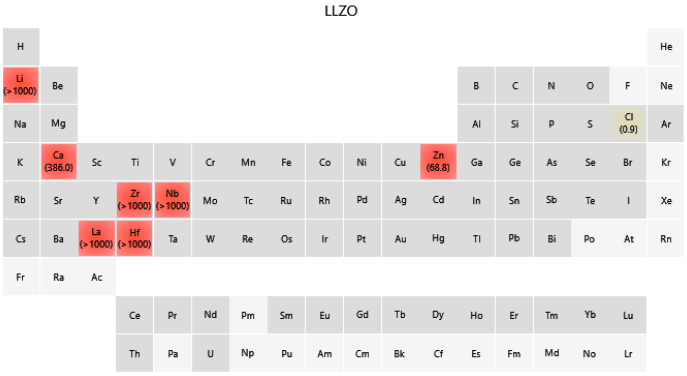


图 1. IntelliQuant 热力图，其中示出样品中各元素的浓度范围



图 2. IntelliQuant 以高星级排序和绿色勾选标记最佳分析物波长，以低星级排序提示分析物波长存在可疑干扰；将鼠标悬停于红色问号上，可显示潜在的光谱干扰

结果与讨论

校准曲线

本实验采用标准曲线法对固态电解质 LLZO 中的主量元素和微量元素进行定量。标准溶液配制以 2% 盐酸溶液为介质，制备了各目标元素的系列浓度梯度溶液。表 1 列出了各元素的校准曲线信息及对应的背景校正方式。结合样品基体、元素含量及元素特性，选择合适的波长、观测模式与背景校正方式，在线性范围内，标准曲线的相关系数优异，均优于 0.9999。

表 1. 各元素校准曲线信息及背景校正

元素	波长 (nm)	线性范围 (mg/L)	观测模式	线性相关系数	背景校正
Li	670.783	0.5–10	径向	0.99994	Fitted
La	333.749	1–20	径向	0.99999	Fitted
Zr	343.823	1–20	径向	1.00000	Fitted
Al	237.312	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
As	193.696	0.01–0.5	轴向	0.99993	Fitted
B	249.678	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Ba	493.408	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Be	313.042	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Ca	396.847	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Cd	226.502	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Co	228.615	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Cr	206.550	0.01–0.5	轴向	0.99992	Fitted
Cu	223.009	0.01–0.5	轴向	0.99999	Fitted
Fe	238.204	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
K	766.491	0.01–0.5	径向	0.99997	FACT
Mg	279.553	0.01–0.5	轴向	0.99999	Fitted
Mn	260.568	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
Na	589.592	0.01–0.5	径向	1.00000	FACT
Nb	210.942	1–10	轴向	1.00000	Fitted
Ni	231.604	0.01–0.5	轴向	0.99999	Fitted
P	213.618	0.01–0.5	轴向	0.99996	Fitted
Pb	283.305	0.01–0.5	轴向	0.99997	Fitted
S	181.972	0.01–0.5	轴向	0.99992	Fitted
Sr	421.552	0.01–0.5	轴向	1.00000	FACT
Ta	263.558	0.01–0.5	轴向	0.99998	FACT
Ti	336.122	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
V	309.310	0.01–0.5	轴向	1.00000	Fitted
W	207.912	0.01–0.5	轴向	1.00000	FACT
Zn	202.548	0.01–0.5	轴向	0.99999	Fitted

样品测定结果

为验证分析方法的重复性及测试系统的稳定性，本实验对 LLZO 样品进行了 10 次分析。结果列于表 2 和 3 中。从表中可以看出，各待测元素的测定值相对标准偏差 (RSD) 均处于较低水平 (< 2%)，表明方法具有良好的精密度，能够稳定可靠地提供样品中的元素含量。

表 2. 主量元素和掺杂元素分析结果及精密度

元素	波长 (nm)	含量 (%)	RSD (%)
Li	670.783	5.2	0.2
La	333.749	41.2	0.2
Zr	343.823	13.3	0.2
Al	237.312	0.10	0.6
Nb	210.942	3.8	0.3

表 3. 杂质元素分析结果及精密度

元素	波长 (nm)	含量 (mg/kg)	RSD (%)
As	193.696	ND	/
B	249.678	8.7	1.0
Ba	493.408	3.2	0.5
Be	313.042	ND	/
Ca	396.847	372	0.3
Cd	226.502	ND	/
Co	228.615	ND	/
Cr	206.550	ND	/
Cu	223.009	ND	/
Fe	238.204	21.5	0.3
K	766.491	ND	/
Mg	279.553	12.1	0.9
Mn	260.568	8.2	0.3
Na	589.592	39.5	0.7
Ni	231.604	ND	/
P	213.618	138	1.1
Pb	283.305	95.1	1.2
S	181.972	422	0.6
Sr	421.552	1.3	0.3
Ta	263.558	13.1	1.4
Ti	336.122	71.1	1.4
V	309.310	ND	/
W	207.912	6.2	1.9
Zn	202.548	181	0.8

*ND 代表未检出。

结论

本研究基于安捷伦 ICP-OES 建立了一种对固态电解质 LLZO 中的主量元素和微量元素进行定量分析的方法。该分析方法具有良好的重复性，系统稳定性优异，能够稳定可靠地测定样品中元素的含量，为 LLZO 固态电解质的成分分析提供有力的技术支持，助力探究 LLZO 的组成与性能之间的关联。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn



www.agilent.com

DE-010960

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2025
2025 年 11 月 14 日，中国出版
5994-8816ZHCN

Agilent
Trusted Answers