

# 使用 Agilent 5800 测定硫化物电解质 $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$ 中的主量及杂质元素

## 作者

张萍, 赵志飞, 宋娟娥  
安捷伦科技(中国)有限公司

## 摘要

本文介绍了一种采用 Agilent 5800 ICP-OES 系统准确测定硫化物电解质  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  中主量及杂质元素的方法。仪器 Expert 软件自带 IQ (InteliQuant) 功能, 能辅助校准曲线浓度范围的设置以及待测元素波长的筛选。方法性能评估实验结果显示, 样品中的 3 种主量元素 (包括 Li、P 和 S) 和 26 种杂质元素 (包括 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Sb、Se、Sr、Ti、Tl、V 和 Zn) 校准曲线的相关系数均  $\geq 0.9998$ ; 杂质元素加标回收率在 87.46%–106.28% 之间; 在 140 min 稳定性测试中得到的主量元素实测含量相对标准偏差 (RSD)  $< 0.5\%$ 。这些结果证明该方法基体耐受性强、准确度和稳定性出色, 适用于  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  样品中主量及杂质元素的常规检测。

## 前言

$\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  是一种典型的卤掺杂硫化物固态电解质，属于 Li-PSClBr 系列硫银锗矿型化合物。该电解质在基础硫化物电解质  $\text{Li}_3\text{PS}_4$  的结构基础上，引入  $\text{Br}^-$  和  $\text{Cl}^-$  进行阴离子掺杂改性，能够有效拓宽离子传输通道，降低晶界阻抗，进而提升锂离子电导率；同时卤素离子的掺杂也能够改善材料的空气稳定性和界面相容性。因此， $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  是固态电池领域极具应用潜力的电解质候选材料之一。

Li、P 和 S 等主量元素的化学计量比直接决定了电解质材料的晶体结构与离子传输性能。如果主量元素比例偏离设计值（例如，Li 含量不足），将导致材料晶格缺陷增多、离子传输路径受阻，从而显著降低锂离子电导率，甚至破坏硫银锗矿型晶体结构。通过精准监测主量元素的含量和分布，能够验证合成工艺的可控性，确保电解质材料达到设计的电化学性能指标。

在电解质材料合成和制备过程中，容易引入 Na、K、Ca 和 Mg 等碱金属/碱土金属杂质，以及 Fe 和 Cu 等过渡金属杂质。这些杂质不仅会作为离子传输的“陷阱位点”，阻碍锂离子迁移；而且可能与电极材料发生副反应，生成高阻抗界面相，引发固态电池容量衰减、循环稳定性下降等问题。因此，准确监测痕量杂质元素，是保障电解质材料性能一致性与电池安全可靠性的关键环节之一。

本文介绍了一种采用 Agilent 5800 ICP-OES 系统对硫化物电解质  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  中主量及杂质元素进行测定的方法。该方法表现出良好的灵敏度、准确度和稳定性，为硫化物电解质材料的高质量管控提供了可靠的技术支撑。

## 实验部分

### 试剂和样品

实验用水未 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水；电子级硝酸、盐酸氨水（购于上海安谱）；所用的标准品未安捷伦提供的含量为 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Li（部件号 5190-8477）、P（部件号 5190-8499）、S 单标（部件号 5190-8529）；100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 27 元素混标（部件号 5190-9418，包含 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Sb、Se、Sr、Ti、Tl、V 和 Zn）；硫化物电解质样品为市售产品。

### 仪器和设备

采用 Agilent 5800 ICP-OES 系统，配备 SeaSpray 雾化器和双通道旋流雾室，以及 1.8 mm 中心管的全可拆炬管组件。

使用 Agilent ICP Expert 软件（7.7.3 版）对仪器进行控制。该软件具有 FACT 功能以及全面的质量控制 (QC)、智能半定量和谱线五星推荐功能 (InteliQuant)，还能够实现干扰判断和数据筛选等操作。

### 样品前处理

在露点  $\leq -40^\circ\text{C}$  的环境下，准确称取 0.2500 g 样品，加入 5 mL 氨水 (1:2) 和双氧水 (1:1) 的混合溶液中，加热 30 min 左右；再向溶液中加入 2 mL 浓盐酸，继续加热至溶液澄清透亮；冷却后用超纯水定容至 25 mL，所得溶液待直接进样至 5800 ICP-OES 系统进行杂质元素检测；在主量元素检测中，将该溶液进一步用超纯水稀释 100 倍后上机分析。

### ICP-OES 仪器操作参数

观测方式	径向观测
读取时间 (s)	10
重复测定次数	3
提升延迟时间 (s)	13
读数稳定时间 (s)	10
泵速 (rpm)	12
射频功率 (W)	1250
等离子体气流量 (L/min)	14
辅助气流量 (L/min)	1.0
雾化气流量 (L/min)	0.7
进样泵管类型	PVC 白色/白色
排废液管类型	PVC 蓝色/蓝色
背景校正	Fitted

## 结果与讨论

### 待测元素波长、校准浓度范围选择

Agilent ICP Expert 软件的 IQ 功能具有强大的分析与智能决策能力，其不仅能够准确测定样品中各组分的比例和元素基本含量，而且能够以直观醒目的颜色进行可视化呈现，帮助用户快速识别元素特征，从而科学、合理地选择各元素的浓度范围。此外，IQ 功能还能够基于样品的具体组成，智能分析并自动推荐待测元素的最佳波长，避开样品中高含量元素的干扰，从而使分析人员彻底摆脱繁琐的人工筛选过程，显著提升分析效率和准确度。采用 IQ 功能所得到的  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  样品的半定量及谱线五星推荐结果如图 1 所示。根据 IQ 的推荐结果所选择的元素波长和校准浓度范围列于表 1 中。

根据 IQ 推荐的浓度范围，用 2% 硝酸将 27 元素混标稀释配置浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5 mg/L 的校准溶液用于杂质元素的检测，用 2% 硝酸配置 1、2、5、10、20 mg/L 的 Li、P 单标；5、10、20、50、100 mg/L 的 S 单标用于主量元素的检测。在所述校准浓度范围内绘制校准曲线，并进行线性回归分析，所得目标元素的线性相关系数如表 1 所示。

在预设的方法参数条件下，对 2% 硝酸空白样品进行 11 次测定，将目标元素实测浓度标准偏差的三倍定义为仪器检出限，再将仪器检出限乘以样品前处理过程中的稀释倍数后得到方法检出限 (MDL)。结果表明，所有杂质元素的方法检出限均在 0.02–5.00 mg/kg 之间，满足产品对杂质元素准确定量的要求。



图 1. 利用智能化 IQ 的半定量及谱线五星推荐功能所得到的结果

表 1. 元素分析波长、线性范围、线性相关系数和方法检出限 (MDL)

元素	推荐波长 (nm)	背景校正	校准浓度范围 (mg/L)	线性相关系数	MDL (mg/kg)
Ag	328.068	Fitted	0.05–0.5	0.9998	0.40
Al	396.152	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.40
As	188.980	Fitted	0.05–0.5	0.9999	1.00
B	249.772	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
Ba	455.403	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.02
Be	313.042	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.03
Ca	396.847	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.02
Cd	214.439	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.10
Co	238.892	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
Cr	267.716	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.20
Cu	327.395	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
Fe	238.204	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
K	766.491	Fitted	0.50–10.0	0.9999	5.00
Mg	279.553	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.02
Mn	357.610	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.03
Mo	202.032	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
Na	589.592	Fitted	0.50–5.0	0.9999	0.50
Ni	231.604	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.50
Pb	220.353	Fitted	0.05–0.5	0.9999	2.00
Sb	206.834	Fitted	0.05–0.5	0.9999	2.00
Se	196.026	Fitted	0.05–0.5	0.9999	2.00
Sr	407.771	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.02
Ti	336.122	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.10
Tl	190.794	Fitted	0.05–0.5	0.9998	2.00
V	292.401	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.30
Zn	213.857	Fitted	0.05–0.5	0.9999	0.20
Li	670.783	Fitted	1.0–20	1.0000	10
P	214.914	Fitted	1.0–20	0.9999	200
S	181.972	Fitted	5.0–100	0.9999	200

## 样品分析结果和加标回收实验

按照上述样品前处理流程对硫化物电解质  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  样品进行处理，然后进样至 5800 ICP-OES 系统进行分析；并对样品中的 3 种主量元素（包括 Li、P 和 S）和 26 种杂质元素（包括 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Sb、Se、Sr、Ti、Tl、V 和 Zn）进行分析。结果如表 2 所示，除了 K 和 Na 元素含量较高，分别为 550 和 220 mg/kg 左右，其它元素的含量均处于较低的含量水平。

为验证所开发的分析方法的准确度，采用样品 C 进行加标回收实验。样品 C 平行处理两份，一份直接用超纯水定容用于待测元素含量的测定，另一份在定容前加入 27 元素混标，使定容后杂质元素的含量增量为 0.2 mg/L。所得结果见表 2，从表中可以看出，26 种杂质元素（包括 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Sb、Se、Sr、Ti、Tl、V 和 Zn）的加标回收率介于 87.46%–106.28% 之间，表明该方法具有良好的准确度。

表 2. 样品中各元素的分析结果和加标回收实验结果

元素	样品 A (mg/kg)	样品 B (mg/kg)	样品 C (mg/kg)	加标浓度 (mg/L)	样品 C 回收率 (%)
Ag	1.27	1.20	1.05	0.20	89.28
Al	4.88	5.07	5.06	0.20	89.70
As	20.32	19.66	20.12	0.20	87.70
B	15.05	15.62	15.25	0.20	93.56
Ba	3.82	3.55	3.84	0.20	87.49
Be	< 0.02	< 0.02	< 0.02	0.20	97.03
Ca	17.70	17.41	19.76	0.20	91.88
Cd	< 0.10	< 0.10	< 0.10	0.20	98.10
Co	< 0.30	< 0.30	< 0.30	0.20	87.46
Cr	4.56	4.51	4.63	0.20	87.62
Cu	0.69	0.63	0.76	0.20	95.57
Fe	6.80	6.94	6.82	0.20	88.15
K	558.92	553.36	566.54	0.20	96.94
Mg	1.24	1.22	1.61	0.20	97.59
Mn	0.20	0.16	0.18	0.20	90.18
Mo	1.09	1.11	1.02	0.20	89.35
Na	234.98	228.42	231.03	0.20	91.70
Ni	1.07	1.00	0.95	0.20	106.28
Pb	< 2.00	< 2.00	< 2.00	0.20	105.71
Sb	< 2.00	< 2.00	< 2.00	0.20	98.23
Se	< 2.00	< 2.00	< 2.00	0.20	92.02
Sr	1.83	1.79	1.80	0.20	89.73
Ti	0.38	0.38	0.35	0.20	92.92
Tl	< 2.00	< 2.00	< 2.00	0.20	91.85
V	< 0.30	< 0.30	< 0.30	0.20	101.78
Zn	0.361	0.367	0.353	0.20	89.73
元素	样品 A (%)	样品 B (%)	样品 C (%)		
Li	12.76	12.80	12.78	-	-
P	10.42	10.44	10.44	-	-
S	48.47	48.49	48.50	-	-

注：主量元素含量较高，一般不太容易产生基体或谱线干扰，因此未对主量元素进行加标回收实验。

## 稳定性测试

在不采用内标校正的情况下，采用如上所述的方法对  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  样品中的主量元素进行分析。每隔 20 min 分析一次，总共连续运行 140 min，对方法的稳定性进行考察。结果如图 2 所示。从图中可以看出，在 140 min 连续分析过程中，Li、P 和 S 等三种主量元素的实测含量相对标准偏差 (RSD) 均小于 0.5%，表明该方法具有出色的稳定性。

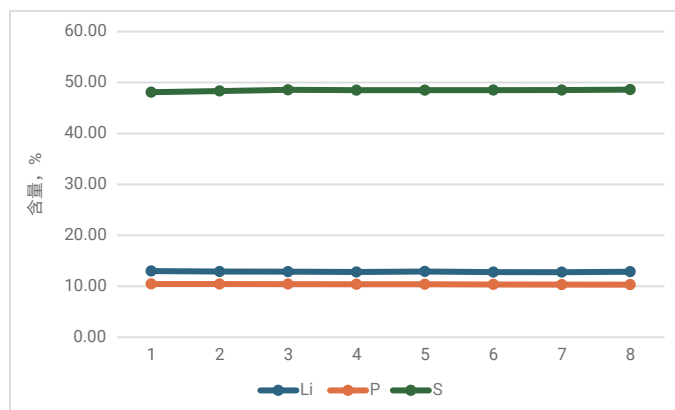


图 2. 方法稳定性测试结果

## 结论

本实验采用性能优异的 5800 ICP-OES 系统，结合功能强大的 Agilent ICP Expert 软件，开发出一种测定硫化物固体电解质  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  样品中 3 种主量元素（包括 Li、P 和 S）和 26 种杂质元素（包括 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Sb、Se、Sr、Ti、Tl、V 和 Zn）的分析方法。Expert 软件自带的 IQ 功能，能精准测定样品中各组成成分的比例及元素基本含量情况，帮助用户科学合理设定各待测元素的浓度范围；此外，IQ 功能还能基于样品的组成情况，智能分析并自动推荐待测元素的最佳波长，精确避开样品中高含量元素的干扰，彻底告别繁琐的人工筛选过程，显著提高分析效率和准确性。在存在基体干扰的情况下，所考察的所有杂质元素的加标回收率均在 87.46%–106.28% 之间；且持续 140 min 的方法稳定性实验提供了稳定的主量元素实测含量结果，证明所开发的方法具有出色的稳定性。该方法适用于硫化物固体电解质  $\text{Li}_{5.4}\text{PS}_{4.4}\text{Br}_{0.6}\text{Cl}$  中主量及杂质元素的准确定量分析。

## 参考文献

1. Ruby Bradford. Determination of Elements in a Solid Sulfide Electrolyte using ICP-OES (使用 ICP-OES 测定固体硫化物电解质中的元素含量). 安捷伦科技公司应用简报, 版本号 5994-8287EN, 2025

查找当地的安捷伦客户中心:

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价:

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)



微信搜一搜

安捷伦视界

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE-013071

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, 2026  
2026年3月9日, 中国出版  
5994-9005ZH-CN

