

S8 TIGER 4kW

应用S8 TIGER X射线荧光光谱仪分析 锂电池粉末样品中主次成分含量

简介

- 采用第二代S8 TIGER波长色散型X射线荧光光谱仪，利用QuantExpress无标定量分析软件，分析粉末样品中主次成分含量。



样品状态与制样



收到样品状态

上述样品采用第二代S8 TIGER 型X 射线
荧光光谱仪和SPECTRAplus V4 分析软件进
行了测量。

制样方法：

- 压片制样。

测量方法：

- QuantExpress 无标样定量分析方法。
- 校准曲线法，建立单点校准曲线，进行精
密度测试。



压好的样片

光谱仪配置

- 独有的4 kW高压发生器，最大电流170 mA，最大电压60 kV
- Rh靶端窗X射线光管，50 μm 或75 μm Be窗（可选最大功率3.3 kW的Cr靶光管）
- 自动的10位初级光路滤光片转换器
- 样品室和光谱室独立抽真空（采用真空封档隔离，样品室可以单独充氦气，以分析液体样品）
- HighSense 探测器，MCA技术
- 自动面罩转换器，最多3个位置（面罩尺寸：5到34 mm）
- 准直器：0.23°、0.46°（自动的4位准直器转换器）
- 分光晶体：LiF200、PET、XS-55（8位晶体转换器）
- 编码控制的测角仪， θ 和 2θ 单独驱动
- 不需要压缩空气
- 选项：
SampleCare™ 污染防护屏
XRF² – 高分辨和高灵敏的元素分布分析



XRF² – 元素分布分析

第二代S8 TIGER d的XRF² mapping功能：

以最小300 μm （FWHM）的光斑和100 μm 的步长扫描样品，进行元素的面分布分析。采用了HighSense mapping光路，第二代S8 TIGER可以获得10倍的灵敏度，是主量、次量和微量元素面分布分析的理想工具。



QUANT-EXPRESS 无标样分析方法

QUANT-EXPRESS 可以对全元素进行半定量分析，是预校准的“无标样”分析方法。它和 SPECTRA^{plus} 软件包配合使用，采用默认的元素谱线和测量条件。

QUANT-EXPRESS 的分析范围：

- 氧（80）到铀（92U）
真空模式
- 钠（11Na）到铀（92U）
氦气模式

采用扫描或定点测量模式获取样品的全谱，可以快速无标样地分析一个完全未知的样品的成分含量。在评估样品的全谱光谱图时，软件既考虑了可能存在的光谱干扰，还进行了基于变化 α 模型（“基本参数”）的基体吸收增强效应校正。同时，软件计算了样品重量、形状，以及样品制备时加入的添加剂等对测量结果的影响。

QUANT-EXPRESS 可以在真空、减压氦气（适合不容易挥发的液体样品和粉末）、常压氦气（适合易挥发的液体样品）等模式下测量，以及不同的尺寸的样品杯面罩（适合不同大小的样品），样品杯面罩的尺寸有34 mm、28 mm、23 mm、18 mm、8 mm、5 mm。

3个测量程序：

1. Fast Screening
 - 2 分钟
 - 快速检查样品的成分
2. Full Analysis
 - 7 分钟
 - 精确的全元素分析
3. Best Detection
 - 17 分钟
 - 精确的全元素分析，可以获得更低的检出限。

测量完成后，软件会仔细检查光谱图中的所有谱峰，识别样品中存在的元素，然后用谱线库中预校准的元素谱线对各个元素进行无标样评估。

基体校正方法是基于变化 α 模型（基本参数），因此需要了解样品中的所有成分，有时需要估算样品中的某些化学成分（比如未测量的C、H等成分），这些成分会影响我们所关心的成分的含量。

更进一步，QUANT-EXPRESS 无标样半定量分析方法可以和用户自己的校准曲线定量分析方法有机地结合起来，以获得更精准的分析结果。

测量结果

无水FP

分子式	含量 (%)
O	42.3
Na	未检出 (< 0.0016)
Mg	0.0215
Si	0.009
P	20.86
S	0.0169
K	0.005
Ca	未检出 (< 0.0002)
Cr	0.0027
Mn	0.02884
Fe	36.72
Co	未检出 (< 0.0006)
Ni	0.0021
Cu	0.0038
Zn	0.0041
As	0.001
Cd	0.001
Gd	0.063
Pb	未检出 (< 0.0003)

二水FP

分子式	含量 (%)
O	51.1
Na	0.002
Mg	未检出 (< 0.0008)
P	16.83
S	0.2049
Ca	0.001
Cr	0.0029
Mn	未检出 (< 0.0002)
Fe	29.64
Co	未检出 (< 0.0005)
Ni	0.0155
Cu	0.0043
Zn	0.001
As	0.0002
Cd	未检出 (< 0.0004)
Gd	0.066
Pb	未检出 (< 0.0003)

LFP

分子式	含量 (%)
O	40.4
Na	未检出 (< 0.0017)
Mg	0.0054
Si	0.002
P	20.05
S	0.0022
K	0.001
Ca	0.0002
Ti	0.0354
V	0.001
Cr	0.0005
Mn	0.00609
Fe	35.22
Co	未检出 (< 0.0004)
Ni	0.0008
Cu	0.0009
Zn	0.0009
As	0.0002
Cd	未检出 (< 0.0004)
Gd	0.0129
Pb	未检出 (< 0.0003)

测量结果

55C211219E442

分子式	含量 (%)
O	34.5
Na	0.0076
Mg	0.0014
P	0.0006
S	0.03019
Cl	0.006
Ca	0.003
Cr	0.0025
Mn	18.54
Fe	0.0658
Co	7.827
Ni	38.99
Cu	未检出 (< 0.0004)
Zn	0.0008
As	未检出 (< 0.0002)
Cd	0.0015
Pr	0.069
Pb	未检出 (< 0.0004)

82C220106F427

分子式	含量 (%)
O	31.9
Na	0.01
Mg	0.002
P	0.0028
S	0.1903
Cl	0.005
Ca	0.0034
Cr	0.002
Mn	3.711
Fe	0.0487
Co	8.13
Ni	55.98
Cu	未检出 (< 0.0005)
Zn	0.0007
As	0.0007
Cd	0.001
Pr	0.017
Pb	未检出 (< 0.0005)

精密度测试结果

	P (%)	Fe (%)	Mg (%)	S (%)	Ti (%)	Mn (%)
LFP	20.05	35.21	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/1	20.05	35.28	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/2	20.04	35.22	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/3	20.05	35.21	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/4	20.05	35.21	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/5	20.05	35.23	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/6	20.05	35.2	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/7	20.04	35.2	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/8	20.05	35.2	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/9	20.05	35.18	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/10	20.05	35.17	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/11	20.04	35.19	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/12	20.05	35.21	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/13	20.04	35.2	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/14	20.05	35.19	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/15	20.05	35.18	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/16	20.04	35.18	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/17	20.04	35.2	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/18	20.05	35.19	0.005	0.002	0.035	0.006
LFP/19	20.05	35.18	0.005	0.002	0.035	0.006
平均值	20.05	35.20	0.005	0.002	0.035	0.006
标准偏差	0.0047	0.0239	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
RSD (%)	0.0235	0.0679	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

精密度测试结果

	Ni (%)	Mn (%)	Co (%)	S (%)	Ca (%)	Fe (%)
NMC	56	3.71	8.13	0.19	0.0034	0.049
NMC/1	55.98	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/2	55.9	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/3	55.9	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/4	55.89	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/5	55.92	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/6	55.9	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/7	55.91	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/8	55.84	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/9	55.84	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/10	55.89	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/11	55.88	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/12	55.88	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/13	55.86	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/14	55.86	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/15	55.85	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/16	55.85	3.71	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/17	55.84	3.71	8.11	0.19	0.0034	0.049
NMC/18	55.84	3.7	8.12	0.19	0.0034	0.049
NMC/19	55.83	3.7	8.11	0.19	0.0034	0.049
平均值	55.88	3.709	8.120	0.19	0.0034	0.049
标准偏差	0.0457	0.0031	0.0039	0.0000	0.0000	0.0000
RSD (%)	0.0817	0.0830	0.0485	0.0000	0.0000	0.0000

总结

- 利用QuantExpress无标样定量分析软件，分析样品中的元素，报出了所有检测到的元素的结果。
- 对于FP和LFP中的Fe和P按照送样信息输入。
- 对于未测到结果的指定考察元素，按照未检出报出。
- 分别选取了LFP和一个三元材料建立定点校准曲线，然后对同一样品进行20次重复测量，以展示仪器精密度。
- 如果有和待测样品同基体的定值样品作为标准样品建立校准曲线，测量待测样品会获得更精准的结果。

如需了解详情请咨询布鲁克指定渠道商广州凯纵检测技术有限公司

联系方式：020-22099966