

凯氏定氮法测定电解液中的氮含量

一、前言

电解液在锂离子电池等能源储存系统中起着至关重要的作用，其成分的纯度和稳定性直接影响电池的性能和寿命。氮元素的存在可能来源于多种途径，如电解液原材料中的杂质、生产过程中的污染，或某些含氮添加剂的使用。因此，测试电解液中的氮含量对于保证电池的性能和安全性具有重要意义。

首先，氮含量的测定有助于评估电解液的纯度。过量的氮可能表明电解液受到外部污染，或在生产过程中引入了不必要的杂质。这些杂质可能影响电解液的导电性、化学稳定性，甚至导致电池内部副反应的发生，从而影响电池的循环寿命和安全性。

其次，部分电解液添加剂（如含氮化合物）可能在高温或充放电过程中分解，生成氨、胺类或其他含氮副产物，这些副产物可能与电极材料发生反应，导致电池性能下降。因此，通过检测电解液中的氮含量，可以优化添加剂的使用，提高电解液的长期稳定性。

综上所述，测试电解液中的氮含量对于确保电池材料的质量、优化电解液配方以及提升电池整体性能和安全性都具有重要价值，是电解液质量控制和研发过程中不可忽视的关键步骤。

本方案采用凯氏定氮法测定电解液中的总氮和氨氮含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（硫酸铜 0.2g+硫酸钾 3g），0.1mol/L 硫酸标准滴定液（以氢离子浓度计）。

三、实验方法

3.1、样品制备

用注射器，采用减量法准确称取样品 1g~2g 左右（精确至 0.1mg），然后转移至消化管中。

3.2、消解

测试总氮含量的样品需要进行消解。向消化管中加入混合催化剂、10mL 浓硫酸，按照下表设置消解程

序：

温度梯度/° C	保温时间/min
220	30
300	10
420	60

3.3、测试

消解完成，待总氮测试样品冷却并不再冒酸雾后，与氨氮测试样品一同上机测试，定氮仪参数设置参见下表：

测试类型	蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	滴定酸浓度浓度	硼酸	稀释水	蛋白系数
总氮	5min	100%	40mL	0.01041 (H ⁺) mol/L	20mL	40mL	—
氨氮			20mL				

仪器自动进行蒸馏、滴定、结果计算。

四、结果与讨论

经过消解、蒸馏、滴定，三种电解液样品的总氮测试结果如下表：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	总氮含量/ppm	均值/ppm	绝对相差/ppm
电解液 1	1.4172	0.3488	0.3808	3.291	3.352	0.12
	1.4009		0.3816	3.412		
电解液 2	1.4048		0.4375	9.202	9.025	0.35
	1.4002		0.4338	8.847		
电解液 3	1.4261		0.4220	7.481	7.418	0.12
	1.4126		0.4201	7.356		

氨氮测试结果如下表：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氨氮含量/ppm	均值/ppm	绝对相差/ppm
电解液 1	1.4638	0.3389	0.3527	1.374	1.521	0.29
	1.4424		0.3554	1.667		
电解液 2	1.4357		0.3626	2.406	2.224	0.36
	1.4126		0.3587	2.043		
电解液 3	1.4205		0.3488	1.016	1.169	0.31
	1.4110		0.3517	1.322		

结果显示，电解液 1、2、3 的总氮含量分别为 3.552ppm、9.025ppm、7.418ppm；氨氮含量分别为 1.521ppm、2.224ppm、1.169ppm，精密度均较好。

五、参考

无