

LiFSI中氯离子、硫酸根微量杂质同步检测技术研究

李旂梅 赵清清 李静芳

多氟多新材料股份有限公司 河南 焦作 454150

摘要: 双氟磺酰亚胺锂易吸湿水解的特性,会造成体系基线波动、杂质检测精准度不足等问题,制约高端锂电锂盐产品质控。文章结合LiFSI基体干扰特性与杂质存在特征,优化离子色谱检测工艺,通过正交试验筛选最优检测参数,搭配固相萃取预处理手段消除基体干扰,建立一套氯离子与硫酸根同步检测方法。该方法稳定性与精密度良好,可适配工业高盐体系微量杂质检测场景,为LiFSI产品质量管控提供技术支持。

关键词: 双氟磺酰亚胺锂;微量杂质;氯离子;硫酸根;同步检测

引言: 锂电储能领域对电解液锂盐的纯度要求持续提升,双氟磺酰亚胺锂凭借优异的电化学特性广泛应用于高端锂电体系。生产储存过程中产生的氯离子、硫酸根微量杂质,会损害锂电池的循环性能与安全稳定性。受LiFSI高盐基体及自发水解特性影响,常规检测方法难以实现两类杂质的同步精准测定,建立专属高效的检测体系,是高纯锂盐工业化质量管控的必要举措。

1 LiFSI 杂质检测基础特性与检测难点分析

1.1 LiFSI物质结构与理化特性分析

LiFSI由锂离子与双氟磺酰亚胺阴离子构成,分子结构对称,电化学稳定性与解离性能优异,适配高端锂电池严苛的服役工况。常温下LiFSI为白色固态粉末,水溶性极强,可快速溶于纯水、醇类溶剂,同时具备强吸湿性,暴露于空气环境中会快速吸附水汽并发生渐进式水解反应^[1]。

工业化生产与检测实践表明,水解反应是LiFSI杂质动态生成的核心诱因。产品初始氯离子、硫酸根杂质来源于原料合成残留与设备清洗介质残留,而储存、取样、检测全过程的吸湿水解会持续生成次生微量阴离子杂质,动态改变检测体系离子组分,引发检测基线持续波动,是导致常规检测数据偏差的核心原因。高纯度LiFSI基体理化性质稳定,微量杂质会打破基体结构平衡,进一步加剧检测信号干扰,提升微量阴离子精准检测难度。

1.2 微量氯离子、硫酸根杂质的存在形态特征

通过跟踪LiFSI生产、储存、检测全流程,明确两类杂质的三大来源:一是氟化、磺化合成工序的原料工艺残留;二是生产设备、输送管道、纯水清洗介质的残留污染;三是产品吸湿水解产生的次生副产物。

在LiFSI水溶液体系中,氯离子、硫酸根离子均以游离态均匀分散存在,无沉淀、分层、团聚等宏观现象。杂

质离子粒径小、活性稳定,与LiFSI基体离子、溶剂分子高度兼容,常规离心、过滤、静置等简易分离手段无法实现有效剥离。工业合格LiFSI产品中两类杂质均为ppm微量级别,离子分布均匀,且两种离子理化活性、电荷特性相近,差异化识别难度大;同时环境温度、溶液浓度的细微波动会改变离子活度,进一步降低检测精准度。

1.3 氯离子与硫酸根检测的技术难点

结合一线检测实操经验, LiFSI体系中两种微量阴离子杂质的检测难点主要集中于四点:第一,杂质含量极低、检测信号微弱,有效响应信号易被高盐基体背景噪声覆盖,信号采集难度大;第二,氯离子与硫酸根理化特性相近,常规检测参数易出现信号重叠、交叉干扰,无法同步区分定量;第三, LiFSI持续水解导致检测体系不稳定,基线动态漂移,微量离子检测重复性极差;第四,行业无专属标准化检测工艺,常规方法未适配高盐锂盐体系,缺乏针对性预处理、参数设置与数据校正方案,检测精度无法满足工业质控标准。

1.4 LiFSI基体对阴离子检测的干扰机制

基体对比试验证实, LiFSI高盐基体是制约微量杂质精准检测的核心因素,具体干扰机制分为四类:一是LiFSI溶于水后完全解离,体系内高浓度双氟磺酰亚胺根离子形成强遮蔽效应,覆盖微量杂质离子检测信号;二是基体离子电化学响应活性更强,优先占据检测响应位点,大幅削弱目标杂质离子的信号反馈强度;三是基体持续水解生成含氟、含硫副产物,动态改变体系离子组分,造成检测基线持续偏移;四是高盐体系提升溶液黏度、改变离子活度,干扰目标离子迁移与信号传导,抑制检测反应进程,降低检测响应效率。

2 微量阴离子检测核心技术体系构建与设备选型

2.1 检测技术原理筛选与设备定型

当前行业主流阴离子检测技术包括离子电极法、紫外

分光光度法、高效离子色谱法，通过平行对比试验完成技术适配性筛选^[2]。离子电极法操作简便，但抗高盐干扰能力弱、微量检测灵敏度低，仅适用于高含量杂质粗测，无法满足ppm级检测要求；紫外分光光度法仅能单离子单独检测，无法实现同步检测，且显色试剂易受基体干扰，显色稳定性差、数据离散度高；高效离子色谱法具备分离度高、抗干扰能力强、多离子同步检测、检出限低、重复性好等优势，高度适配高盐体系微量阴离子检测场景。

2.2 多杂质同步检测技术路径设计

基于离子色谱检测原理与LiFSI基体干扰特征，构建全流程同步检测技术路径：密封取样→精准稀释→固相萃取除杂→基线校准→色谱进样→信号降噪→数据校正

→结果判定。针对核心检测痛点设置专项优化工序，通过固相萃取预处理剥离高盐基体大分子干扰组分；优化色谱分离参数，实现两种目标离子完全基线分离；嵌入信号放大与噪声过滤程序，强化微量有效信号采集，最终实现氯离子、硫酸根杂质同步、精准、高效检测。

2.3 基于正交试验的核心参数最优匹配

为解决常规参数不适配LiFSI高盐体系的问题，行业实操中可采用L9(34)正交试验，以检测精密度RSD、加标回收率、基线稳定性为评价指标，对影响检测效果的四大核心参数（样品稀释倍数、检测柱温、缓冲液配比、固相萃取洗脱时长）进行梯度优化，试验因素与水平设置如表1所示，正交试验结果如表2所示。

表1 正交试验因素与水平设计

水平	A稀释倍数（倍）	B检测柱温（℃）	C缓冲液（Na ₂ CO ₃ :NaHCO ₃ ）	D洗脱时长（min）
1	50	25	3.0mmol:1.0mmol	5
2	100	30	3.5mmol:1.5mmol	8
3	150	35	4.0mmol:2.0mmol	10

表2 L9(34)正交试验结果及评价指标

试验组	A	B	C	D	平均回收率（%）	RSD（%）	检出限（mg/L）	定量限（mg/L）	日内精密度RSD（%）	日间精密度RSD（%）
1	1	1	1	1	95.3	2.86	0.010	0.032	1.95	2.21
2	1	2	2	2	96.8	2.12	0.008	0.028	1.62	1.85
3	1	3	3	3	94.5	3.05	0.012	0.035	2.13	2.46
4	2	1	2	3	99.2	1.32	0.006	0.022	1.25	1.42
5	2	2	3	1	100.6	0.98	0.005	0.018	0.86	1.03
6	2	3	1	2	98.5	1.25	0.007	0.025	1.12	1.31
7	3	1	3	2	97.1	1.89	0.009	0.030	1.53	1.72
8	3	2	1	3	96.5	2.01	0.008	0.029	1.41	1.63
9	3	3	2	1	95.8	2.33	0.011	0.033	1.79	2.01

通过极差分析可得，各参数对检测效果影响权重为：稀释倍数>柱温>缓冲液配比>洗脱时长，最优工艺参数组合为A2B2C3D2，即稀释倍数100倍、检测柱温30℃、缓冲液配比4.0mmol:2.0mmol、固相萃取洗脱时长8min。该参数组合下检测回收率最高、精密度最优，可最大程度弱化基体干扰，保障双离子同步检测稳定性。

3 LiFSI 基体检测预处理技术优化

3.1 样品前处理方式选型与实操规范

通过对比稀释法、溶剂置换法、静置纯化法、固相萃取法四类预处理工艺的适配性，结果显示：单一稀释法无法消除基体干扰，基线漂移严重；溶剂置换法易造成微量杂质离子损耗；静置纯化法除杂效果极差；固相萃取联合精准稀释法除杂效果最优、目标杂质保留率最高，适配工业质控场景^[3]。

基于试验结果建立标准化预处理流程：采用密封避光取样，杜绝样品吸湿水解；精准称取0.5g LiFSI成品，采用超纯水定容稀释100倍；通过活化后的阴离子固相萃取柱吸附基体大分子干扰组分与水解副产物，完整保留氯离子、硫酸根目标离子，大幅提升样品体系纯净度，满足高精度色谱检测要求。

3.2 LiFSI基体干扰消除实操技术

针对基体信号遮蔽、基线漂移、副产物干扰三大核心问题，落地三项专项干扰消除技术：一是溶剂改性校准，采用恒温超纯水配制样品，稳定溶液离子活度，削弱基体离子信号遮蔽效应；二是实时基线校准，检测前完成空白基线校正，抵消基体水解引发的基线动态波动；三是组分屏蔽处理，依托固相萃取柱特异性吸附LiFSI基体干扰组分，仅保留目标阴离子，从源头降低无

关组分干扰。

4 检测体系精细化优化与标准流程构建

4.1 检测设备参数精细化优化

基于最优工艺参数完成设备硬件参数精细化调校：色谱柱温恒定30℃、流动相流速1.0mL/min、抑制器电流45mA、信号采集分辨率0.1μS/cm；优化信号放大倍数，适配微量离子微弱信号采集；缩短样品进样间隔，减少空气、水分介入干扰；锁定设备温湿度运行工况，彻底解决传统参数适配性不足导致的信号丢失、数据偏差问题^[4]。

4.2 检测试剂与介质配比固化

通过多组配比调试，固化最优缓冲体系：4.0mmol/L碳酸钠+2.0mmol/L碳酸氢钠，该配比可稳定检测体系酸碱环境，保障双离子形态稳定；选用色谱级超纯水作为分散介质，杜绝介质自带杂质干扰；严格管控辅助试剂投加量，避免副反应生成新杂质，全方位保障检测体系的纯净度与稳定性。

4.3 检测方法抗干扰性能优化

针对工业检测复杂干扰场景，优化方法抗干扰能力：嵌入色谱信号滤波算法，自动剔除环境噪声、基线波动产生的无效信号；规范样品检测时序，样品配制后10min内完成进样，规避持续水解产生的次生杂质干扰；增设信号补偿校正程序，抵消高盐体系信号衰减误差，大幅提升检测方法的专一性、稳定性与抗干扰能力。

4.4 检测体系标准化完善

结合全套试验数据与一线实操经验，梳理形成LiFSI中氯离子、硫酸根同步检测标准化操作规程（SOP），明确取样、预处理、设备调试、试剂配比、进样检测、数据筛选、异常处理的全流程标准参数，统一数据采集与结果判定标准，解决传统检测流程随意性大、数据离散度高的问题，实现微量阴离子检测的标准化、规范化工业化应用。

为验证方法的工业实用性与稳定性，结合LiFSI高吸湿、易水解特性，考察样品放置时长、环境湿度、高盐基体浓度三大核心干扰条件下的检测性能，验证结果如表3所示。

表3 检测方法耐用性与稳定性验证结果

试验变量	试验条件	Cl ⁻ 回收率(%)	Cl ⁻ RSD(%)	SO ₄ ²⁻ 回收率(%)	SO ₄ ²⁻ RSD(%)
样品放置时间	0/10/30 min	97.6~99.7	0.85~1.36	97.1~99.2	0.91~1.42
环境相对湿度	30%~90%	95.4~99.5	0.92~1.96	95.1~99.0	0.98~2.05
高盐基体浓度	100~300 g/L	96.2~100.3	0.91~1.65	95.7~99.9	0.95~1.72

由表3可知，各苛刻工况下双离子回收率稳定在95.1%~100.3%，RSD均小于2.1%，检测精度与重复性优异。高湿环境、长时间静置仅造成检测数据小幅波动，符合LiFSI水解规律，同时高盐低杂质体系下方法抗干扰能力优异，可适配工业化批量检测、复杂环境检测场景，有效弥补常规检测方法稳定性不足的缺陷。

结束语

整套优化后的离子色谱检测工艺，可有效规避LiFSI高盐基体遮蔽、水解基线漂移等各类检测干扰问题，精准完成样品中氯离子与硫酸根的同步定性定量分析。标准化的样品预处理与参数控制模式，显著提升了检测数据的精密度与稳定性。改良后的检测体系适配工业复杂

检测环境，能够为高纯双氟磺酰亚胺锂的量产质控、品质溯源提供稳定可靠的技术保障。

参考文献

[1]徐宁,徐冲,李中凯,等. LiFSI对锂离子电池热安全性能影响的研究进展[J]. 浙江化工,2026,57(1):15-25.
[2]向文新,黄渊.硬化混凝土中氯离子含量多种检测方法探讨[J].江西建材,2026(2):132-134.
[3]李小燕,邹绍锋,马贝贝,等.酸性水中氯离子测定的影响因素分析[J].石油化工应用,2025,44(12):95-98.
[4]陈正,俞嘉敏,王一琛,等.温-湿变化下混凝土中氯离子-硫酸根离子的耦合竞争和传输行为[J].硅酸盐学报,2026,54(2):623-640.