

## X500R QTOF 系统在锂电池电解液成分分析的应用

# Application of X500R QTOF System in Composition Analysis of Lithium Battery Electrolytes

陈金梅, 杨总, 刘冰洁, 郭立海  
Chen Jinmei, Yang Zong, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 中国  
SCIEX, China

**Keywords:** X500R QTOF system, IDA, High Resolution, Lithium Battery Electrolytes

### 前言

锂离子电池作为能源储存器件推动了人类社会能源的变革与创新。商用锂离子电池一般由含锂过渡金属氧化物正极、石墨负极、电解液和聚合物隔膜所组成。电解液是锂离子电池的重要构成要素, 通常包括了锂盐电解质、有机溶剂和添加剂。在实际应用中, 锂离子电池的能量密度能否正常发挥, 以及发挥的稳定性与电解液及其形成的电极/电解液界面性质息息相关<sup>[1]</sup>。因此, 准确全面的表征电解液, 了解并控制其作用特性, 是电池理论研究和应用开发不可或缺的重要环节。本文使用X500R QTOF系统对锂电池电解液成分进行快速准确鉴定, 为表征电解液提供解决方案。

### 仪器设备

SCIEX ExionLC™系统+X500R QTOF 系统



### 液相方法

色谱柱: Phenomenex C18 (2.6 μm, 100 × 3.0 mm)

流速: 0.3 mL/min (ESI源);  
0.5 mL/min (APCI源)

流动相: A相: 水  
B相: 甲醇 (5mM乙酸铵)

表1. 液相梯度

Time(min)	A.Conc(%)	B.Conc(%)
1.00	95	5
3.00	55	45
17.00	2	98
22.00	2	98
22.10	95	5
25.00	95	5

### 质谱方法

CDS自动校正

离子源: ESI+/-、APCI+/-

扫描模式: IDA数据采集模式, DBS (动态背景扣除) 开启

扫描范围: 一级m/z 50-1500 二级m/z 40-1500

## 数据处理思路

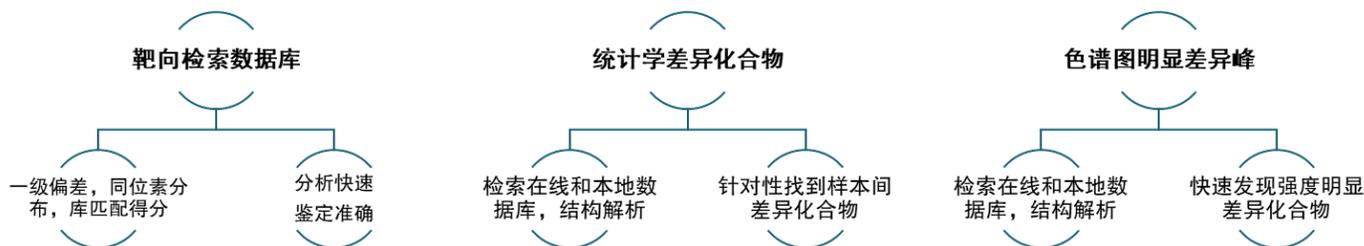


图1. 数据分析思路

### ESI离子源参数

ISVF电压: 5500V/-4500 V      气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GS1: 50 psi      雾化气 GS2: 60 psi

碰撞气 CAD: 7      源温度: 350 °C

### APCI离子源参数

NC电流:  $\pm 3 \mu\text{A}$       气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GS1: 50 psi      碰撞气 CAD: 7

源温度: 550 °C      DP电压:  $\pm 50 \text{ V}$

碰撞能量:  $\pm 40 \pm 20 \text{ V}$

## 实验思路

本实验采用TOF MS-IDA-MS/MS采集模式, 结合智能化DBS功能, 一针进样同时获得高质量有效的一级和二级质谱信息。对于不同电池品牌来源, 不同放置时间, 不同循环时间等电解液样本, 快速找到不同样本间差异化合物, 采取以下几种数据分析思路: 思路一可以靶向分析, 快速检索本地数据库, 准确快速得到结果; 思路二可以使用MarkerView™软件对样本进样统计学分析, 发现统计学差异离子后, 结合SCIEX本地数据库或者在线数据库进行检索, 完成鉴定和结构解析; 思路三可以使用软件非靶向流程可以设置空白样本, 发现基峰离子流色谱图中明显差异的色谱峰中的离子, 软件自动拟合分子式, 结合SCIEX本地数据库或者在线数据库进行检索, 也可以导入结构式, 结构式与采集的化合物二级质谱图相匹配, 完成鉴定和结构解析。

## 实验结果

分别使用ESI源和APCI源对样本进行采集, 兼顾不同性质的化合物, 对不同电解液样本差异化合物进行解析, 正负离子模式下共鉴定出74个化合物, 其中50个化合物是两个样本间的差异化合物, 典型差异化合物谱图如图2所示, 为使用SCIEX OS软件检索本地数据库得到的结果, SCIEX OS软件可以设定的条件, 快速筛选出一级偏差准确, 同位素分布合理, 二级质谱图匹配得分高的结果, 帮助我们快速鉴定化合物。

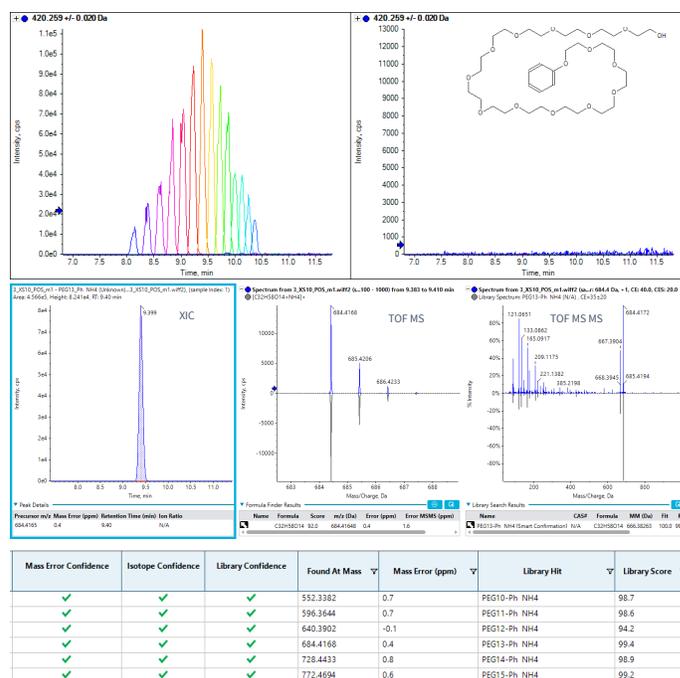


图2. 不同聚合度, 聚合单元为C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O的聚合物

对于不同品牌来源, 不同放置时间, 不同循环时间的电解液等样本的差异比较, 可以采取组学的思路, 使用SCIEX OS软件中MarkerView™统计学分析模块进行PCA, T-test等统计学分析, MarkerView™统计学分析模块和Explorer鉴定化合物模块互相链接, 无需不同软件间转移, 减少格式转化带来的数据丢失。可以将原始数据导入MarkerView™统计分析后得到样本间具有统计学差异的离子后, 可以直接查看一级和二级质谱图, 进行鉴定分析。

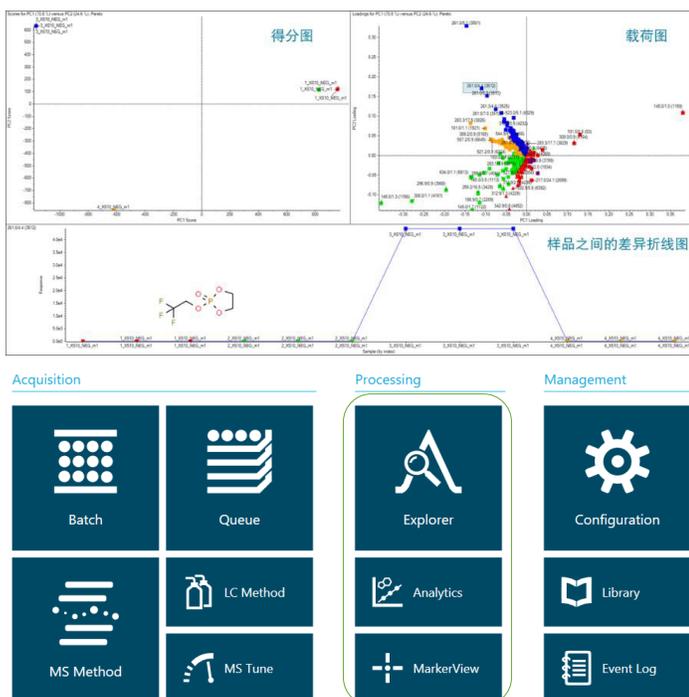


图3. MarkerView™统计学部分界面展示

非靶向流程可以设置空白样本, 根据设定的峰面积比扣除空白样本中的离子, 软件可以自动将离子的不同加和离子形式和不同电荷数进行分组, 增加鉴定准确度并减少我们重复鉴定的工作量。提取出来的离子会自动给出分子式, 链接SCIEX本地数据库或者在线数据库进行检索, 给出鉴定结果, 根据和二级质谱图匹配的情况, 给出得分, 同时也可以根据软件自动给出的二级偏差判断碎片归属, 二级碎片可以和结构一一对应, 有助于我们进行结构解析, 分析合理性。



图4. 非靶向流程中部分界面展示

### 结论

本实验采用X500R QTOF系统的IDA+DBS采集技术对锂电池电解液成分进行快速准确鉴定, 分别使用ESI源和APCI源对样本进行采集, 兼顾不同性质的化合物, 可以更全面的表征化学成分。IDA+DBS采集技术能够保证在有限的时间内采集到的有效信息, 一针进样同时获得高分辨一级和二级质谱图, 应用SCIEX OS软件并结合SCIEX高分辨二级谱库的靶向流程简便且准确。对于不同品牌来源, 不同放置时间, 不同循环时间的电解液等样本的差异比较, 可以使用统计学软件找到统计学差异的离子, 进行鉴定分析。也可以采用软件自动扣除空白, 自动识别离子的不同加和离子形式, 电荷形式, 结合SCIEX本地数据库或者在线数据库的非靶向流程, 是结构鉴定和解析的有力工具, 为表征电解液提供了的解决方案。

## 参考文献

1. 邢丽丹, 谢启明, 李伟善. 电解液及其界面电化学性质的机理研究进展. 物理学报, 2020, 69(22): 228205. doi: 10.7498/aps.69.20201553

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15754-ZH-A



### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话: 010-5808-1388  
传真: 010-5808-1390  
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话: 021-2419-7201  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](#)