

# 微波消解锂电行业相关材料

贾腾, 陈硕, 张绍辉, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

**摘要:**使用微波消解锂电行业相关材料, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

**关键词:** 锂电;微波消解

正负极材料、电解液、隔膜等锂离子电池相关材料中的元素检测是锂电池行业原材料控制的重要项目。在 GBT 20252-2014《钴酸锂》、GBT 24533-2019《锂电池石墨负极材料》等锂离子电池相关标准中, 规定使用 ICP-OES 或等同性能分析仪器测试常量元素及微量杂质元素。在 GBT 30835-2014《锂离子电池用复合磷酸铁锂正极材料》、GBT 24533-2009《锂电池石墨负极材料》、GBT 30836-2014《锂离子电池用钛酸锂及碳复合负极材料》等锂离子电池相关标准中, 规定依据 IEC 62321 方法, 使用 AAS、ICP-OES 和 ICP-MS 等仪器对材料中的 Cd、Pb、Hg、Cr 等限用物质进行检测。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

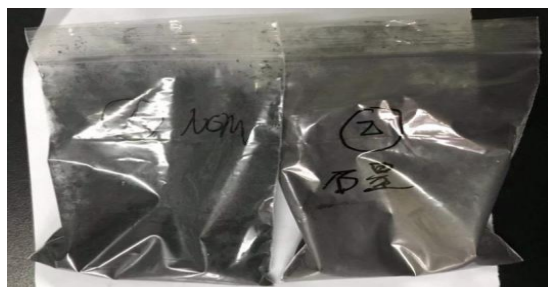
新仪 MDS 系列或 Master 系列微波消解仪, 分析天平(十万分之一)等。

### 1.2 试剂

硝酸(68%), 氢氟酸(40%), 硫酸(98%), 高氯酸(72%)

## 2 消解方案

### 2.1 镍钴锰三元材料、磷酸铁锂、钴酸锂



1) 粉末样品

称取 0.1-0.3g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 1mL 氢氟酸，采用下表的消解设定：

阶段	温度/°C	时间/min
1	150	10
2	190	5
3	210	30

## 2) 浆料样品

称取 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部（不能出现挂壁），加入 6mL 硝酸，放置在赶酸器上 120°C 预处理 30min，取下冷却，加入 2mL 盐酸，再缓慢滴加 2mL 硫酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	时间/min
1	150	10
2	180	5
3	210	30

浆料样品完全消解，可添加高氯酸。建议使用逆王水+硫酸的体系进行消解，上机检测前，可通过过滤去除杂质。

## 2.2 正负极保护垫

称取正极保护垫和负极保护垫各 0.05g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 4mL 硫酸、4mL 硝酸和 1mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/°C	升温时间/min
1	150	10
2	200	10
3	240	99
4	240	99
5	240	99

正负极保护垫需加入硫酸+硝酸+氢氟酸进行消解，最高温 240°C。

### 2.3 止动架

称取样品约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/°C	升温时间/min
1	150	10
2	180	5
3	210	30

### 2.4 隔膜

称取隔膜样品约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/°C	升温时间/min
1	150	10
2	180	5
3	200	30

### 2.5 密封胶

称取密封胶钉样品约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	升温时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	30	400

## 3 实验探讨

止动架与密封胶钉样品采用硝酸+过氧化氢体系即可消解完全，正负极保护垫需加入硫酸+硝酸+氢氟酸进行消解，最高温 240°C，隔膜样品需要加硝酸+氢氟酸进行实验。

中国仪器仪表学会