

微波消解硅碳负极材料

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 250104)

摘要: 使用微波消解硅碳负极材料, 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: 硅碳; 微波消解

石墨类负极作为主要的负极材料, 应用已经非常广泛, 而硅与碳化学性质相近, 理论比容量远高于商业化石墨理论比容量。但是硅负极材料存在的问题有循环寿命低、体积变化大、持续产生 SEI 膜, 而硅碳负极材料可以有效改善这些问题, 所以硅碳负极材料是未来负极材料的发展重点。《GBT 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料标准》规定了石墨类负极材料中多种重金属的含量要求, 采用微波消解的方法对其进行前处理, 消解迅速、酸用量少、酸雾污染小, 有利于后续 AAS、ICP 等对样品中重金属元素的准确快速测定。

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 实验方法

2.1 样品前处理

将样品碾碎, 粉碎效果越好消解难度越低。

2.2 消解条件

硝酸是重金属消解最常用的酸, 也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性, 且绝大多数硝酸盐易溶于水, 为后续测试带来方便, 所以首先选用硝酸进行实验。

消解用酸:

硝酸消解样品常用温度为 180℃, 这个温度下硝酸具有极强的氧化性, 可以溶解大部分样品, 当温度升至 200 度时该样品仍无明显反应。样品中含有比较稳定的碳材料, 需要采用氧化性更强的高氯酸将其消解。我们选择几种与高氯酸搭配的体系, 进行消解实验, 结果如下:

消解用酸体系	消解效果
7ml 硝酸+1ml 高氯酸	压力偏大
3ml 硫酸+4ml 硝酸+1ml 高氯酸	白色沉淀
1ml 硫酸+6ml 硝酸+1ml 高氯酸	压力偏大
3ml 硫酸+4ml 硝酸+1ml 高氯酸+1ml 氢氟酸	澄清

注：实验取样量为 0.1g，消解温度 220℃，消解时间 20min。当采用 1mL 硫酸+5ml 硝酸+1ml 高氯酸+1mL 氢氟酸的酸体系时，最大消解量为 0.4g。

3 实验探讨

硅碳负极材料样品可完全消解，取样量 0.1g，加入 3mL 硫酸、3mL 硝酸、1mL 高氯酸和 1mL 氢氟酸，220℃下消解 20 分钟。

4 注意事项

实验之前用离子风机处理内罐，减少因静电作用而吸附在罐壁上的样品，加酸时将罐壁上吸附的样品，冲洗至罐底部；消解实验完成后，待消解罐冷却至室温，压力较小时，方可取出；当样品取样量较低就可满足实验需求时，可降低硫酸的量，改用硝酸代替，因为硫酸无法通过赶酸去除，会对后续检测带来一定影响。

参考文献：

[1] GBT 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料标准