

## 微波消解硅碳负极材料

### 1 前言

石墨类负极作为主要的负极材料，应用已经非常广泛，但是石墨类负极材料容量已做到 360mAh/g，已经接近 372mAh/g 的理论克容量，再想提升其空间已很难实现。而硅与碳化学性质相近，理论比容量高达 3572 mA·h/g，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。《GBT24533-2009 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，本方法消解迅速，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。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 MDS-6G 微波消解仪，ECH-2 赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



## 2.2 试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)，硫酸(98%)，高氯酸(72%)

## 3 实验方法

### 3.1 样品前处理

将样品碾碎，粉碎效果越好消解难度越低。

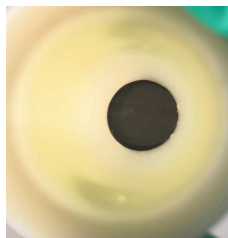


### 3.2 消解条件的探究

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，我们首先选用硝酸进行实验。

#### 3.2.1 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：

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。

### 3.2.2 取样量

碳经过消解会生成大量的二氧化碳，为保证实验压力在安全范围以内，经过实验，取样量应控制在 0.1g 以内。

## 4 结果

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

## 参考文献

[1] GBT24533-2009 锂离子电池石墨类负极材料标准

## 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。