

微波消解电池黑粉

一、前言

锂电池可以分为多类，带铜铝极片的、带干性隔膜黑粉铝极片的、黑粉和铝极片的等等。对于不同种类的锂电池需要使用不同的方式进行处理。其中，带干性隔膜黑粉铝极片主要包括：隔膜、黑粉、铝合金、少量的铁。并且，黑粉中带有对人体有危害的稀有物质，不宜人体直接接触。此外，由于物料中的隔膜和黑粉还有铝都是处理过的，铝在外壳里面装有黑粉和隔膜，黑粉和隔膜都是经过液压压紧的，压缩极片的空间，所以黑粉会依附在隔膜上，导致分离困难。为了对电池黑粉中的多种成分进行检测，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，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%)，硼酸(分析纯)

三、实验方法

3.1、消解

精确称取电池黑粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 5mL 硫酸、2mL 硝酸、2mL 氢氟酸和 1mL 高氯酸，静置 15min 左右，待无明显反应，组装消解罐，按照表一设置参数进行消解实验

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	40	400

3.2、二次消解

程序运行结束，待冷却至 60℃ 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，补加 10mL 饱和硼酸溶液，重新组装消解罐，按照表二设置参数进行二次消解：

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验结束，待冷却至 60℃ 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，将消解液转移至离心管中，清洗消解罐 2~3 次，洗涤液一并转移至离心管中，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的电池黑粉样品，取样量为 0.1g，采用硫酸+硝酸+氢氟酸+高氯酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 210℃，保温 40min 左右，然后加入饱和硼酸溶解进行二次消解，才能将样品完全溶解。

五、注意事项

- 1、硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
- 2、高氯酸与有机物接触会剧烈反应，使用时应确保样品中不含有机物成分。
- 3、溶液中硫酸与氢氟酸的含量较高，实验人员在处理时应做好防护，同时防止溶液接触玻璃器皿，以免造成腐蚀。