

# 利用 ICP 光谱仪测定硅基材料中镁含量的方法

程 娟, 刘敏静, 耿艳辉, 谷 强, 屈春花

(内蒙古杉杉科技有限公司, 内蒙古 包头 014010)

**摘 要:** 文章主要对硅基复合材料中镁含量的检测方法进行了研究, 其检测目的是准确地检测出在制备硅基复合材料过程中镁的含量, 从而对最终产物中的硅酸镁含量进行控制。在实验过程中建立了用电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP - AES) 测定硅酸镁 - 碳包覆氧化亚硅复合材料中镁含量的方法, 最终验证其检出限为 0.004 mg/L, 检测结果的相对标准偏差均小于 5%, 线性相关系数达到 0.999 以上, 该方法满足镁含量的测定。

**关键词:** 硅基复合材料; 镁含量; 消解; ICP 测试

中图分类号: TQ132.2

文献标识码: B

文章编号: 1009 - 5438 (2024) 02 - 0089 - 03

## Methods for Determining Magnesium Content in Silica - based Materials with ICP (Inductively Coupled Plasma) Spectrometer

Cheng Juan, Liu Min - jing, Geng Yan - hui, Gu Qiang, Qu Chun - hua

(Inner Mongolia Shanshan Science and Technology Co., Ltd., Baotou 014010,  
Inner Mongolia Autonomous Region, China)

**Abstract:** In the paper, the detection method of magnesium content in silica - based composite material is studied and its purpose is to accurately detect magnesium content in the process of preparing silica - based composite materials so as to control the content of magnesium silicate in final product. During the experiment, the method for determining magnesium content in magnesium silicate - carbon - encapsulated silicon oxide composite material with the inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP - AES) is established. Finally, it is verified that the detection limit is 0.004 mg/L, relative standard deviation of detection results is less than 5% and linearly dependent coefficient is above 0.999 so that this method is satisfied with the test of magnesium content.

**Key words:** silica - based composite material; magnesium content; digestion; ICP test

负极材料作为锂离子电池的重要组成部分, 影响着锂离子电池的比容量及循环寿命, 一直是锂离子电池研究的重点<sup>[1]</sup>。目前, 以传统的石墨材料作为负极材料生产的锂电池, 其理论比容量只有 372 mAh/g, 无法满足高储能的要求, 因此需要找到

一个新的负极材料来提高锂离子电池的各种性能。而硅基复合材料是科研人员研制出的一种新型负极材料, 具有更好的循环稳定性和高理论比容量。该负极材料加入金属镁粉和氧化镁粉, 镁含量与碳包覆硅基材料的加入比例是该复合材料高储能的研究

关键。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP - AES)是实验室常规分析仪器,因其检出限低、精密度高、线性范围宽、能同时对多种元素进行分析等优点,被广泛应用。本方法利用电感耦合等离子体发射光谱仪建立合适的标准曲线,对样品中的镁含量进行准确的定量分析。

## 1 实验部分

### 1.1 实验仪器、设备

电感耦合等离子体发射光谱仪(赛默飞世尔, Icap - 7000 SERIES);万分之一电子分析天平;移液枪:100  $\mu$ L。

氢氟酸:优级纯,  $\rho$  约为 1.15 g/mL;盐酸:优级纯,  $\rho$  约为 1.19 g/mL;硝酸:优级纯,  $\rho$  约为 1.41 g/mL;镁标准溶液储备液:100 mg/L、10.00 mg/mL、1.00 mg/mL。

1+1 硝酸:按 1:1 的比例加入超纯水和硝酸,搅拌均匀待用;10% 盐酸:准确量取 450 mL 超纯水,缓慢加入 50 mL 盐酸,搅拌均匀待用;1+1 盐酸:按 1:1 的比例加入超纯水和盐酸,搅拌均匀待用;镁标准溶液储备液 I( $\rho = 100$  mg/L):用移液枪准确移取 1 mL 浓度为 10.00 mg/mL 镁标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用 10% 盐酸进行定容至标线,摇匀。

### 1.2 实验过程

#### 1.2.1 电热板消解

在万分之一的天平上准确称取 0.20 ~ 0.25 g 的样品(精确到 0.01 g),放入 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 2 mL 超纯水,先缓慢加入 5 mL 1+1 硝酸,再加入 5 mL 氢氟酸,放在电热板上在 180  $^{\circ}$ C 进行加热消解,加热过程中轻轻摇匀至反应完全。然后将温度升高至 220  $^{\circ}$ C,消解至杯底有透明胶质出现,取下冷却。冷却后加入 10 mL 1+1 盐酸,使之与杯中透明物质充分反应,然后转移到 50 mL 容量瓶中,再用超纯水多次清洗,一同转入容量瓶中进行定容,稀释后在 ICP 上进行测试。

#### 1.2.2 空白

空白中加入 2 mL 超纯水代替样品,其他步骤同 1.2.1,进行消解处理,消解完与样品稀释相同倍数,然后一同在 ICP 上进行分析测试。

### 1.3 仪器分析

#### 1.3.1 仪器分析参数

氩气纯度:99.999%;氩气流量:0.5 L/min;功率:1 150 W;泵速:50 r/min;辅助器气体流量:0.5 L/min;冷却气体流量:12 L/min;波长范围:202 ~ 285 nm;观测方式:轴向观测。

#### 1.3.2 标准曲线的建立

分别移取 100 mg/L 的镁标准溶液 1 mL、2 mL、5 mL、8 mL、10 mL 至五个 100 mL 容量瓶中,容量瓶上做好标记以区分浓度。用 10% 盐酸定容至标线,摇匀,配置成的镁标准溶液浓度分别为 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、8 mg/L、10 mg/L,按此浓度绘制标准曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 分析谱线的选择

选择分析谱线时要综合考虑元素的检出限、共存元素干扰、背景干扰和该元素的线性范围<sup>[2]</sup>。按 1.3.2 中所述浓度,结合镁标准曲线,参考线性相关系数,选择 280.270 nm 和 279.079 nm 两条镁元素谱线。通过比较标准溶液和待测样品溶液,剔除元素间互相干扰较大的谱线,保留灵敏度高、干扰小、信背比大的分析谱线<sup>[3]</sup>。经分析符合上述要求镁元素的谱线为 279.079 nm 的谱线。

### 2.2 标准曲线的选择

根据 2.1 中选取的谱线得到的镁标准溶液曲线,以横坐标表示标准溶液浓度,纵坐标表示信号强度,得出镁元素线性回归方程为  $y = 646.083x - 11.548$ ,线性相关系数  $R = 0.999$ 。

### 2.3 检出限的计算

按上述选择的谱线与标准曲线对 11 个同时消解处理过的空白溶液进行测试,得到 11 组空白数据。根据元素测试浓度算出标准偏差,3 倍的标准偏差即为镁元素的检出限(DL)<sup>[4]</sup>,检出限为 0.004 mg/L。

### 2.4 方法精密度

实验中分别对 10 个样品在相同测试条件下进行 6 次平行实验,实验结果参考 HJ 974—2018《土壤和沉积物 11 种元素的测定 碱熔 - 电感耦合等离子体发射光谱法》进行计算,计算结果见表 1。

表1 方法精密度实验测试结果

样品	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
样品1	7.02	7.41	7.43	7.25	7.19	7.52	7.30	2.53
样品2	4.08	4.10	4.19	3.98	4.23	4.20	4.13	2.28
样品3	10.08	10.25	9.84	9.90	10.13	10.17	10.06	1.59
样品4	9.10	8.96	9.12	8.72	8.80	9.11	8.97	1.93
样品5	6.48	6.50	6.37	6.23	6.32	6.15	6.34	2.17
样品6	8.49	8.76	8.22	8.53	8.85	8.24	8.52	2.88
样品7	5.62	5.84	5.33	5.19	5.70	5.26	5.49	4.83
样品8	3.20	3.09	2.96	3.11	3.35	2.97	3.11	4.73
样品9	6.25	6.17	6.42	6.51	5.94	6.06	6.23	3.46
样品10	10.87	11.24	11.15	11.55	10.82	11.08	11.12	2.39

计算得出10个样品的6次平行测试的相对标准偏差在1.59%~4.83%之间,考虑到样品在前处理时人为或仪器引入的偏差和电感耦合等离子体发射光谱仪本身存在的测量误差,该方法精密度较为理想。

### 2.5 方法准确度

使用本实验方法对5个样品进行多次不同浓度加标量的加标回收实验,每次加标1 mL,加标回收率计算见表2。

表2 加标回收实验测试结果

样品	测试值	加标量	加标测试值	加标回收率
	/%	/(mg·L <sup>-1</sup> )	/%	/%
样品1	7.24	2	9.21	98.5
	7.15	3	10.09	98.0
	7.17	5	12.42	105.0
样品2	5.40	2	7.33	96.5
	5.43	3	8.38	98.3
	5.43	5	10.31	97.6
样品3	10.08	2	12.13	102.5
	10.11	3	13.26	105.0
	10.06	5	14.98	98.4
样品4	7.62	2	9.73	105.5
	7.58	3	10.73	105.0
	7.58	5	12.91	106.0
样品5	7.74	2	9.65	95.5
	7.79	3	10.85	102.0
	7.75	5	12.53	95.6

实验结果表明,该实验加标回收率在95.5%~106.0%之间,满足分析质量通用要求,说明本方法符合基本实验的准确性和稳定性。

### 3 结束语

实验中用氢氟酸与硝酸的混酸加热消解,能有效地分解样品中难溶组分,电感耦合等离子体发射光谱仪能准确分析出硅基材料中的镁含量。该方法经过多次实验验证,检出限较低,相对标准偏差均小于5%,保证了分析方法的准确性。另外,该实验消解方法简单,测试流程短,操作简单,适合样品的批量检测。

### 参 考 文 献

- [1] Hui W, Yi C. Designing Nanostructured Si Anodes for High Energy Lithiumion Batteries [J]. Nano Today, 2012, 7(5): 414-429.
- [2] 叶家谕,江宝林. 区域地球化学勘察样品分析方法[M]. 北京:地质出版社, 2004.
- [3] 王国峰,王万祥,张军伟. 土壤中重金属元素的测试方法研究[J]. 中国环境监测, 2012, 28(6): 66-68.
- [4] 毛亚南,贾月,李俊,等. ICP-OES测定四氧化二氮中5种金属元素含量[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2023, 21(1): 69-72.