

# 微波消解石墨（石墨烯）

张绍辉, 贾腾, 陈硕, 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:** 使用微波消解石墨, 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:** 石墨;微波消解

石墨烯 (Graphene) 是一种由碳原子以  $sp^2$  杂化轨道组成六角型呈蜂巢晶格的二维碳纳米材料。石墨烯具有优异的光学、电学、力学特性, 在材料学、微纳加工、能源、生物医学和药物传递等方面具有重要的应用前景, 被认为是一种未来革命性的材料。为了检测其中的金属元素是否符合标准, 我们采用微波消解的方法将其溶解。同时微波消解还有酸雾污染小, 回收率高, 样品空白低等优点, 有利于后续检测设备对样品中的金属元素快速准确测定。

## 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

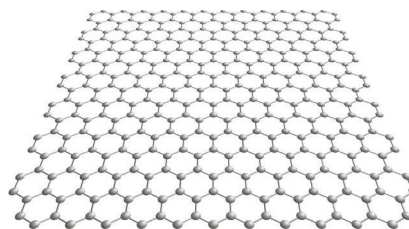
硝酸(68%), 盐酸 (37%), 硫酸 (98%), 高氯酸 (72%) 。

## 2 实验方法

### 2.1 样品



样品图片



微观结构

## 2.2 全消解方案

称取石墨样品 0.1-0.3g（石墨烯样品 0.1g）左右（精确至 0.1mg），置于消解罐中，加入 3mL 浓硫酸、2-3mL 浓硝酸和 1mL 高氯酸，静置一段时间后，组装消解罐按照如下参数进行实验：

阶段	温度/°C	时间/min
1	150	10
2	180	5
3	200	5
4	210-220	20

石墨（石墨烯）可完全消解至澄清透明



## 2.3 王水浸提方案

参照标准《GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料》方法，选用王水浸提消解，后经过滤定容，可使用电感耦合等离子体发射光谱法测试铁、钠、铬、铜、镍、铝、钼等微量元素。

称取石墨烯样品 0.4-0.5g（精确至 0.1mg），置于消解罐中，加入 9mL 浓盐酸和 3mL 浓硝酸，静置一段时间后，组装消解罐，按照如下参数进行实验：

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

消解完毕，冷却至室温后，过滤，转移到 100mL 容量瓶中，纯水稀释定容。

### 3 实验探讨

石墨烯样品完全消解会生成大量二氧化碳气体，压力较高，因此 3.2 实验方案建议取样量不大于 0.1g。石墨（石墨烯）样品消解可提供两种方案：方案一可将样品完全消解，需添加硫酸和高氯酸进行实验，且取样量不建议大于 0.1g。方案二是采用王水浸提样品中的待测元素，取样量可适当增加，需要过滤处理。