

## 微波消解球形石墨

### 1 前言

球形石墨是以优质高碳天然鳞片石墨为原料、采用先进加工工艺对石墨表面进行改性处理,生产的不同细度,形似椭圆球形的石墨产品。球形石墨材料具有良好的导电性,结晶度高,成本低,理论嵌锂容量高,充放电电位低且平坦等特点,是目前作为锂离子电池负极材料重要部分,是国内外锂离子电池生产用负极材料的换代产品。球形石墨中微量元素对锂离子电池的电化学性能影响非常大,采取有效的前处理方法能够更好的对球形石墨中的微量元素进行分析。根据国家标准(GB/T 38887-2020),我们采用微波消解的方法,有利于后续对球形石墨中的微量元素检测。

### 2 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%), 盐酸(38%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品状态



黑色粉末

#### 3.2 酸体系探究

球形石墨的主要成分是碳元素，同时含有微量金属元素杂质，根据国家标准（GB/T 38887-2020），选择王水体系进行消解。

#### 3.3 实验过程

使用硝酸和盐酸作为实验的消解试剂，称取球形石墨样品 0.5g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 3mL 硝酸和 9mL 盐酸，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1  | 150   | 10     | 400  |
| 2  | 180   | 35     | 400  |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将罐架转移至通风橱中，缓慢打开罐盖，使用赶酸器 150°C 赶酸至小于 1mL，加水转移定容至 25mL 容量瓶，消解液中有黑色沉淀，过滤后再做进一步检测。

### 4 结果

使用王水体系对球形石墨样品进行消解实验，最高实验温度 180°C，保温 30min，王水可

提取球形石墨中的微量金属元素，赶酸定容后可作进一步检测。

## 参考文献

GB/T 38887-2020 中华人民共和国国家标准 球形石墨