

微波消解石墨粉

1 前言

石墨粉质软，黑灰色；有油腻感，可污染纸张。硬度为 1~2，沿垂直方向随杂质的增加其硬度可增至 3~5。比重为 1.9~2.3。在隔绝氧气条件下，其熔点在 3000℃ 以上，是最耐温的矿物之一。常温下石墨粉的化学性质比较稳定，不溶于水、稀酸、稀碱和有机溶剂；材料具有耐高温导电性能，可做耐火材料，导电材料，耐磨润滑材料。选择一种石墨粉，采用微波消解进行前处理，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。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER 微波消解仪，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)，

3 实验方法

称取石墨粉样品约 1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 12mL 硝酸，静置 15min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	1000
2	180	5	1000
3	200	30	1000

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，过滤定容至 100mL 容量瓶中待测。

4 结果

石墨粉样品，取样量为 1g，加入硝酸后上机进行微波消解，最高实验温度 200℃，保温 30min 左右，样品无法完全溶解，需过滤后进行检测。

参考文献

GB/T 24533-2019 锂离子电池石墨类负极材料