

微波消解石墨烯

1 前言

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。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

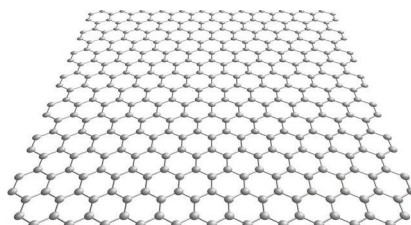
硝酸(68%)，盐酸 (37%) ，硫酸 (98%) ，高氯酸 (72%)

3 实验方法

3.1 样品制备



图片



微观结构

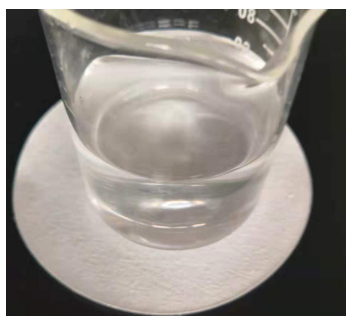
3.2 微波消解样品

3.2.1 样品完全消解方案

称取石墨烯样品 0.1g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐中, 加入 3mL 浓硫酸、3mL 浓硝酸和 2mL 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	220	30	400

石墨烯可完全消解至澄清透明



3.2.2 王水萃取方案

在采用 ICP 进行后续重金属检测时，标准溶液为盐酸和硝酸体系，若消解实验中加入的高氯酸和硫酸，会对最终结果的准确性造成影响。因此采用王水将样品中的待测元素溶于消解液中，过滤去除残渣后，可直接进行定容检测，同时省去了赶酸步骤。

称取石墨烯样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐中，加入 6mL 浓盐酸和 2mL 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

消解完毕，冷却至室温后转移到 50mL 容量瓶中，纯水稀释定容，然后过滤进行检测。

3.3 取样量

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 3.2.1 实验方案中为保证实验安全性，取样量不得大于 0.1g。

石墨烯样品，密度较小，且比较松散，试剂不易完全浸没。经过多次实验，当 3.2.2 实验方案中的取样量为 0.5g 时，王水体积必须大于 15mL，才可将样品完全浸没，且压力偏高。当取样量在 0.1~0.3g，王水体积 12mL 时效果最佳（可根据样品中金属含量调整取样量）。

4 结果

石墨烯样品消解提供了两种方案：方案一可将样品完全消解，需添加硫酸和高氯酸进行实验，有可能会对部分检测仪器有所影响，且取样量不得高于 0.1g。方案二是采用王水萃取样品中的待测元素，取样量可适当增加，需要过滤处理。