

基于微波灰化法的石墨纯度快速检测方法

邱宁, 赵恒博

(青岛理工大学 琴岛学院, 山东 青岛 266106)

摘要: 常规高温加热法测定石墨纯度费时费力, 开发了一种基于微波灰化法的石墨纯度快速检测方法。利用微波能对石墨进行灰化, 称量残留的灰分质量, 可以得到石墨的纯度。经数据对比和配对样本检测, 微波灰化法测得的石墨纯度数据与常规方法一致, 且精密度高于常规方法, 微波灰化法节省了70%的时间, 降低了90%的能耗, 因此是一种实用、可推广的方法。

关键词: 微波法; 石墨; 灰化;

中图分类号: TQ 165 文献标识码: A 文章编号: 1004-0935 (2016) 05-0558-03

DOI:10.14029/j.cnki.issn1004-0935.2016.05.007

石墨作为一种重要的原料, 在工业生产中十分常见, 其纯度对其功能及价值是一个非常重要的参数指标^[1-3]。因此, 对石墨进行纯度分析是非常重要的。传统的纯度检测方法^[4]通常是先将石墨放入陶瓷坩埚, 把陶瓷坩埚放入电加热炉中, 启动电加热炉加热至800℃以上, 通入空气使石墨与氧气进行反应, 反应产生的一氧化碳和二氧化碳排出电加热炉, 对剩余在坩埚中的残余灰分进行测试, 即可得出石墨的纯度。纯度检测的核心步骤是石墨的灰化, 在灰化过程中需要使用6个坩埚, 每个坩埚测试的物料重量为10~30 g, 使用传统的电加热灰化炉(功率为15 kW)对上述的石墨样品完全灰化需要不间断进行20 h甚至以上的时间。整个流程耗时太长, 并且20 h的不间断使用, 也需要专人值守, 费时费力。

微波具有穿透力强、灰化速度快等特点, 能在保证检测质量的同时极大地提高检测速度。微波灰化技术已广泛应用于金属检测^[5-7]、茶叶品质控制^[8-9]、灰分检测^[10]等多个领域。本研究拟采用微波灰化法替代传统的加热灰化法, 实现对石墨纯度的快速准确检测。使用微波灰化炉对石墨进行加热, 其不依赖于任

何介质直接作用于石墨上。石墨是一种很好的微波吸收材料, 在微波的作用下, 石墨的温度升高非常迅速, 30 min内即可从室温升高到815℃。同时, 在微波的加热作用下, 即使是通入气体进行灰化, 温度仍然保持在815℃, 石墨样品得以快速灰化。

1 实验部分

1.1 材料

石墨购于青岛莱西南墅石墨有限公司, 纯度

99%。

1.2 仪器设备

MKX-R4HB型微波快速灰化炉购自青岛迈科威微波应用技术有限公司, 微波功率为3.2 kW, 设备总功率为5 kW。BZ-10-12型马弗炉箱式电阻炉实验电炉购自上海博珍仪器设备制造有限公司。METTLER-MS603S精密天平(620 g/0.001 g)购自瑞士梅特勒公司。

1.3 实验步骤

加热灰化法: 精确称量6份10 g石墨, 分别放置于6个坩埚内, 然后将6个坩埚装入已预热至815℃的马弗炉中, 预热1 min后, 引入空气流, 灼烧至无黑色斑点, 取出称冷量, 如此反复, 直至恒重。

微波灰化法: 精确称量6份10 g石墨, 分别放置于6个坩埚内, 然后将6个坩埚装入微波快速灰化炉的炉腔内, 启动微波加热, 待加热温度达到815℃的时候, 通入空气, 同时保持其温度稳定在815℃, 分别在灰化时间4、6、8 h取出, 称冷量。

2 结果与讨论

2.1 微波灰化时间的影响

使用微波对石墨样品进行灰化处理, 灰化时间是重要影响因素。灰化时间不足无法彻底灰化石墨样品, 而灰化时间过长会造成能源浪费。因此, 首先对微波灰化时间进行了考察, 分别在灰化4、6、8 h后, 取出6个石墨样品, 称冷量, 6个石墨样品的残余灰分量变化规律一致, 取其中之一列在表1。

从表1的结果中可以看出, 微波灰化4 h, 石墨样品未完全灰化, 如图1所示在坩埚中仍然可见黑

收稿日期: 2016-04-22

作者简介: 邱宁(1980-), 女, 讲师, 硕士, 山东省烟台人, 2006年毕业于南京航空航天大学材料加工专业, 研究方向: 从事材料和工程力学等方面的研究和教学工作。

色的石墨, 石墨并未完全变成灰白色的灰化产物。说明此时石墨没有与氧气进行充分的反应, 石墨样品中的碳元素未完全反应, 生产可以排出一氧化碳或二氧化碳, 需要进一步的增加灰化的时间, 使碳元素能够充分与氧气进行反应。

表 1 不同微波灰化时间的影响

灰化时间/h	4	6	8
灰分质量/g	0.532	0.095	0.095



图 1 微波灰化 4 h 石墨样品图

而当微波灰化时间延长至 6 h 后, 从图 2 可以看出, 所有的坩埚中, 石墨均灰化成为灰白色的残渣, 没有黑色的石墨残留, 应该达到完全灰化的效果。从表 1 的结果中可以看出, 将微波时间延长至 8 h, 残留的灰分质量未发生变化, 因而微波灰化 6 h 足以将石墨样品灰化完全。



图 2 微波灰化 6 h 石墨样品图

综上所述, MKX-R4HB 型微波快速灰化炉工作 6 h, 完全能够达到灰化的要求, 可将石墨纯度检测中的关键灰化步骤时间缩短至 6 h, 实现快速检测石墨纯度的目的。

2.2 微波灰化法的精密度

以 6 个石墨样品为平行样品, 考察微波灰化法的精密度, 结果见表 2。如表 2 所示, 该方法测定的纯度结果为 99.04%, 相对标准偏差 (RSD) 为 0.023%, 说明方法的精密度较高, 能满足各行业对

石墨纯度检测的要求。

表 2 微波灰化法的测定结果

序号	1	2	3	4	5	6
石墨/g	10.112	10.121	10.055	9.994	10.113	9.954
灰分/g	0.095	0.096	0.099	0.093	0.099	0.098
纯度/%	99.06	99.05	99.02	99.07	99.02	99.02
均值/%	99.04					
RSD/%	0.023					

2.3 微波灰化法和高温加热法的分析结果对比

使用高温加热法测定了 6 个石墨样品的纯度, 结果见表 3。从表 3 中可以看出, 高温加热法测得的石墨纯度为 99.05%, RSD 为 0.056%。微波灰化法得到的纯度结果与高温加热法一致, RSD 要小于高温加热法的, 说明精密度高于高温加热法。对两种方法测定结果的差异性进行了配对样本检验, 结果见表 4。

表 3 高温加热法的测定结果

序号	1	2	3	4	5	6
石墨/g	9.987	10.086	10.089	10.006	10.103	10.075
灰分/g	0.089	0.091	0.102	0.099	0.101	0.092
石墨/%	99.11	99.10	98.99	99.01	99.00	99.09
均值/%	99.05					
RSD/%	0.056					

表 4 配对样本检验

配对检验		95%置信度		自由度	显著性 (双侧)	
平均数	标准差	下限	上限			
-0.0100	0.04858	0.01983	-0.06098	0.04098	5	0.636

由表 4 结果和 t 检验结果可知, 微波灰化法和常规高温加热法的纯度测定结果相符合, 精密度优于高温加热法。相比于传统的电加热的灰化炉 20 h 的时间, 耗电为 300 kWh, 微波法经过 6 h 的时间, 耗电 30 kWh, 可以使石墨完全灰化。不仅节省了 14 h 的工作时间, 也节省了 270 kWh 电能, 工作效率大大提高了。并且由于纯度检测工作在一个工作日内即可完成, 无需在夜间进行有人值守, 同时也

节省了大量的人力。

3 结束语

利用微波穿透力强、灰化速度快的特性, 采用微波灰化法测定石墨样品的纯度。通过条件筛选, 确定了微波灰化时间为 6 h, 能够实现石墨样品的完全灰化。微波灰化法与常规高温加热法测定纯度的结果一致, 精密度高于高温加热法, 克服了加热法

升温慢、灰化时间长、能耗大等缺点,节省了70%的时间,降低了90%的能耗,节省了人力物力,在实际检测工作中具有推广价值。

参考文献:

- [1] 罗立群, 崔旭升, 田金鑫. 石墨提纯工艺研究进展[J]. 化工进展, 2014, 33 (8): 2110-2116.
- [2] 葛鹏, 王化军, 解琳, 等. 石墨提纯方法进展[J]. 金属矿山, 2010 (10): 38-43.
- [3] 兰波. 石墨电极的纯度对重谱光谱分析的影响[J]. 理化检验(化学分册), 2000, 36 (4): 170-178.
- [4] 王露仁, 佟玉兰. 石墨中灰分的测定[J]. 原子能科学技术, 1965, 12: 1074.
- [5] 俞祥, 乙小娟, 刘一军, 等. 微波灰化-原子荧光光谱法测定植物油中的砷[J]. 分析科学学报, 2003, 19 (6): 552-554.
- [6] 夏从芳, 张龙廷, 白珠, 等. 微波灰化-ICP-MS法测定佛手茶叶山梨糖中的金属元素[J]. 江苏农业科学, 2013, 41 (11): 342-344.
- [7] 詹黎芬. 微波灰化法测定茶叶的总灰分[J]. 科技创新导报, 2014, 17: 242-244.
- [8] 卢杰, 孙丽, 蔡棉球, 等. 微波消解-原子吸收光谱法在茶叶微量元素检测中的应用[J]. 轻工科技, 2013, 12: 18-19.
- [9] 王露, 王夏天, 张博, 等. 微波灰化法测定石油沥青中的灰分[J]. 化学试剂, 2013, 35 (1): 43-46.
- [10] 贺兵, 孔松松, 王璐, 等. 微波灰化重量法测定卷烟纸中灰分[J]. 理化检验(化学分册), 2013, 49 (6): 753-754.

Rapid Detection of Graphite Purity Based on Micro-wave Ashing Method

QIU Ning, ZHAO Heng-bo

(Qingdao Technological University Qingdao College, Shandong Qingdao 266106, China)

Abstract: Determination of graphite purity by conventional high temperature heating method is time-consuming and laborious. A rapid detection method of graphite purity based on micro-wave ashing method was developed. Graphite can be ashed by micro-wave. And then graphite purity can be determined by weighing the residual ash. Through comparing the data and paired sample detection, the graphite purity data measured by Micro-wave ashing method were consistent with data measured by conventional methods, and its precision was higher than other methods. The micro-wave ashing method can save up to 70% of the total time, and reduce as much as 90% of the total energy consumption, so it is a feasible way.

Key words: micro-wave method; graphite; ashing

(上接第557页)

3.3 原因分析

压裂助排剂是一种由多种活性剂复合而成的表面活性剂,同时具备了两性离子的活性特征。由于液体表面张力的测定受到分子间相互作用力的影响,一般化学键越强表面张力越大;受到温度的影响,温度升高表面张力下降;受到压力的影响,一般压力增加表面张力下降。因此随着时间的推移,助排剂溶液的保存难免发生各种问题,受到各种环境变化影响的几率也会增加,这些因素对表面活性剂的效果有直接影响。

4 结 论

(1) 随着时间的增加,助排剂溶液表面张力值

呈逐渐上升的趋势。

(2) 表面张力待测溶液应在2h内测定,最好现配现用。

(3) 压裂助排剂在现场使用时,应注意不同产品的时效性。

参考文献:

- [1] 刘磊廷, 刘建伟, 李天霖, 等. 压裂助排剂表面张力影响因素研究[J]. 中国化工贸易, 2013(5): 180-181.
- [2] 何静, 王满学, 王宁, 等. 不同化学助剂对压裂助排剂水溶液表面张力的影响[J]. 内蒙古石油化工, 2013(7): 64-66.
- [3] 尹东露, 马治生, 夏淑娟, 等. 液体表面张力测定方法的研究进展[J]. 科技通报, 2007, 23(3): 424-429.
- [4] 何静, 李静. 液体表面张力系数测量中的影响因素分析[J]. 大学物理, 2012(10).
- [5] 董新友. 液体表面张力系数测量的误差分析与方法改进[J]. 大学物理实验, 2014, 27(1): 83-87.

Discussion on Effect of the Time on Determination of Liquid Surface Tension

LI Li¹, HUANG Xian-liang¹, WANG Qiang², TANG Tian-guo³

(1. Yanchang Oilfield Co., Ltd. Laboratory Center, Shaanxi Yan'an 716000, China;
2. Yanchang Oilfield Co., Ltd. Zichang Oil Production Plant, Shaanxi Yan'an 716000, China;
3. Yanchang Oilfield Co., Ltd. Qilicun Oil Production Plant, Shaanxi Yan'an 716000, China)

Abstract: DCAT21 surface tensiometer was used to determine liquid surface, and effect of the time factor on determining liquid surface tension was discussed.

Key words: surface tension; time; discussion