

石墨化度的测定

XRD-001

摘要：无定形碳转变成石墨的“石墨化”过程是一个由非晶向晶体转变的过程，通常用所谓“石墨化度”来表征其结晶度。石墨化度的测试需要精确测定 C(002) 的峰位，本文通过掺入硅粉来消除制样误差和装样误差，使用岛津 X 射线衍射仪，利用 Si(111) 实测峰位和标准峰位的角度差来校正 C(002) 角度，精确测定 C(002) 峰位，计算出石墨化度。

关键词：石墨 石墨化度 岛津 X 射线衍射仪

实际应用的碳素材料大多是人造的，无定形碳转变成石墨的“石墨化”过程是一个由非晶向晶体转变的过程，其结晶度受制造工艺和原材料的影响很大，通常用所谓“石墨化度”来表征碳原子形成密排六方石墨晶体结构的程度，其晶格尺寸愈接近理想石墨的点阵参数，石墨化度就愈高。富兰克林推导了人造石墨材料的石墨化度的计算公式：

$$g = \frac{0.3440 - c_0/2}{0.0086} \times 100\%$$

式中，g 为石墨化度，c₀ 为六方晶系石墨 c 轴的点阵常数 (nm)。

实验表明，石墨化度与锂电池的克容量密切相关，可以利用石墨化度来估算锂电池的克容量。

从上式可以看出，石墨化度的测试需要精确测定 C(002) 的峰位，石墨化度的测定对峰位准确度要求非常高，通常采用掺入硅粉内标的办法消除制样误差和装样误差，利用 Si(111) 实测峰位和标准峰位的角度差来校正 C(002) 角度。

实验部分

1.1 仪器

岛津 X 射线衍射仪 XRD6100



1.2 分析条件

测试参数

X 光管电压 (XG Voltage): 40 kV

X 光管管流 (XG Current): 25 mA

扫描模式 Scan mode: 步进扫描 θ -2 θ (fixed time)

角度范围 Scan Range: 25-29.5°

步长 step: 0.01°

停留时间 Preset time: 1 s

狭缝 (Slit condition): DS -1°, SS -1°, RS -0.3mm

强度单位 (Unit): CPS

样品处理: 石墨中掺入适量硅粉混合均匀，填入玻璃样品池，刮平，轻轻压实

■ 结果讨论

石墨化度衍射谱图如图 1 所示。

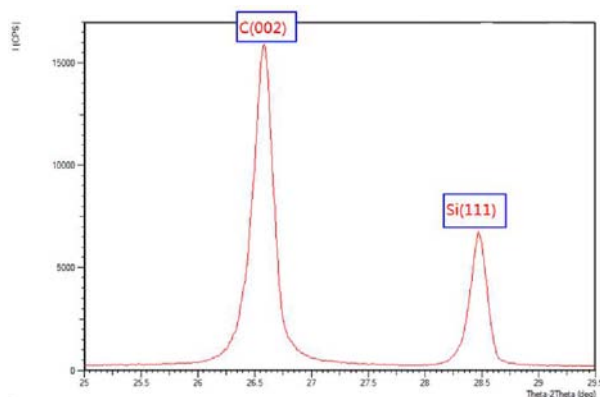


图1 石墨化度测试谱图

上述谱图经过 Basic Process 程序处理，得到衍射角的测试值。经布拉格公式可以计算出面间距。

表1 石墨化度计算结果

Si(111)峰	实测角度 2θ	标准角度 2θ
	28.4541°	28.44135°
C(002) 峰	实测角度 2θ	校正角度 2θ
	26.5584°	26.54565°
石墨 C(002)峰面间距	0.33551 nm	
石墨化度	98.8%	

■ 结论

本文使用岛津 X 射线衍射仪测试了石墨化度,采用掺入硅粉内标的办法来获得准确的石墨峰位,该方法操作简单,可以简单快速的测定石墨化度。