

# 岛津应用数据集

## ● 光谱分析

## XRD

### 石墨化度的测定

**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，其晶格愈接近理想石墨，石墨化度就越高。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， $c_0$  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。

## 1. 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  $\theta$ - $2\theta$  (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

## 2. 结果讨论

### 2.1 石墨化度衍射谱图

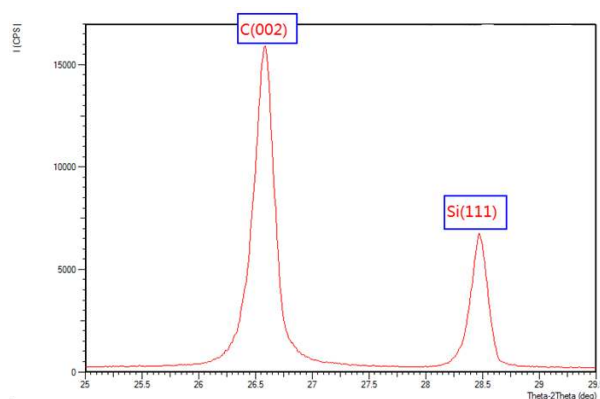


图 1 石墨化度测试谱图

### 2.2 石墨化度的计算

上述谱图经过 Basic Process 程序处理, 得到衍射角的测试值。

表1 石墨化度计算结果

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

## 3. 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。