

ICS 73.080
Q 51



中华人民共和国国家标准

GB/T 3521—2008
代替 GB/T 3521—1995

石墨化学分析方法

Method for chemical analysis of graphite

2008-08-20 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 3521—1995《石墨化学分析方法》。

与 GB/T 3521—1995 相比,本标准做了如下修改:

- 删除第 1 章中“石墨化学分析用试剂、仪器、分析步骤、结果计算和允许差”;
- 在第 3 章节中,增加了“3.6”,对试验用水作了规定;增加了“3.7”,对溶液的浓度做了具体的说明;增加了“3.8”,对所用试剂做了说明;
- 删除 3.4 中“铁的滴定分析应进行对照试验”;
- 挥发分的测定修改为:固定碳含量大于等于 98% 的石墨,将其放入已升温至 $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的热解炉中,在此温度下恒温 1 h;固定碳含量小于 98% 的石墨,将其放入已升温至 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 并已通入稳定氮气流(约 200 mL/min)的热解炉炉口处,关上炉门,预热 1 min~2 min,将托盘推入高温带,开始计时。灼烧 7 min 后将托盘移至炉口,取出,稍冷 1 min~2 min 后,置于干燥器中冷至室温,称量;
- 删除 5.2 箱式高温炉法测定挥发分;
- 将硫的测定方法中的反应式修改为离子反应式;
- 酸溶铁的测定方法中将硫代硫酸钠容量法修改为乙二胺四乙酸二钠络合滴定法。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准负责起草单位:咸阳非金属矿研究设计院。

本标准参加起草单位:青岛黑龙石墨集团、青岛恒胜石墨有限公司、青岛闫鑫石墨制品有限公司、黑龙江奥宇石墨集团、内蒙古兴和县信义石墨有限公司、内蒙古兴和县晶鑫石墨有限公司。

本标准主要起草人:司玉华、车坚亭、莫培斋、王连臣、韩玉凤、朱汉臣、张淑林。

本标准首次发布于 1983 年,1995 年进行了第一次修订,本次是第二次修订。

石墨化学分析方法

1 范围

本标准规定了石墨产品水分、挥发分、灰分、固定碳含量、硫含量和酸溶铁含量的分析方法。
本标准适用于天然石墨产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 3518 鳞片石墨

GB/T 3519 微晶石墨

3 一般规定

3.1 按 GB/T 3518 和 GB/T 3519 规定的取样方法取得的化学分析用样品应装在塑料袋或磨口瓶中，试样量不少于 50 g。

3.2 除水分测定外，其余分析项目皆应将试样在 105 °C~110 °C 下烘至恒重后进行分析。

3.3 高、中、低碳试样的称量应精确至 0.1 mg，要求恒重时，为两次称量之差不大于 0.3 mg。高纯石墨试样的称量应精确至 0.02 mg，恒重为两次称量之差不大于 0.05 mg。

3.4 各分析项目都必须进行平行测定。硫的分析应进行空白试验。

3.5 高纯石墨的计算结果表示至小数点后三位，其余各项的计算结果表示至小数点后两位。

3.6 本方法中所用水，除非另有说明，在分析中仅使用确认为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.7 溶液的浓度为摩尔浓度或 1 L 溶液中含溶质的质量 (g/L)。如 (1+1)、(1+2)、(m+n) 等系指溶质体积与水体积之比。所用溶液除特殊指明外，均系水溶液。

3.8 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯或者优级纯的试剂，用于标定的试剂，仅使用确认为基准试剂或者光谱纯、高纯的试剂。除非另有说明，分析中所用酸和氨水仅使用确认为浓酸或者浓碱。

4 试验方法

4.1 水分测定方法

4.1.1 方法提要

将试样在 105 °C~110 °C 下烘干，使附着水挥发，根据挥发量计算附着水百分含量。

4.1.2 仪器

4.1.2.1 烘箱或其他同等性能的仪器：工作温度为 105 °C~110 °C。

4.1.2.2 天平：感量 0.1 mg。

4.1.3 分析步骤

准确称取 1 g~2 g 未经干燥的试样，精确到 0.1 mg。放入已烘干至恒重的磨口称量瓶中，置于 105 °C~110 °C 的烘箱中。打开盖子，烘 1 h~2 h，取出称量瓶，加盖，置于干燥器中冷至室温，称量。再放入烘箱中烘 30 min，取出，冷却，称量。如此反复，直至恒重。以最后一次数据为准。

4.1.4 结果计算

水分含量以质量分数 ω_1 计，数值以 10^{-2} 或 % 表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{m_0 - m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$