

ICS 73.080
Q 51
备案号:56002—2016

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2315—2016

球化天然石墨

Sphericized natural graphite

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准起草单位：国家非金属矿制品质量监督检验中心、咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：尚兴春、沈小萍、张明、朱萌。

本标准为首次发布。

球化天然石墨

1 范围

本标准规定了球化天然石墨的分类和标记、要求、试验方法、检验规则、包装和标志以及运输和贮存。

本标准适用于以天然鳞片石墨为原料，采用机械物理方法处理成的球形或类球形的石墨产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3521 石墨化学分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 13732 粒度均匀散料抽样检验通则

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则

3 分类和标记

3.1 分类

3.1.1 球化天然石墨按振实密度划分为三个类别，分别用罗马数字 I、II、III 表示，见表 1。

表1 球化天然石墨分级

项 目	类 别		
	I 类	II 类	III 类
振实密度/(g/mL)	≥ 1.06	$1.00 \sim 1.06$	< 1.00

3.1.2 每个类别按粒度分布分为六个型号，分别用 D50 的数值表示。详见表 2。

表2 球化天然石墨型号

粒度分布	型 号					
	15	16	18	20	24	29
D10 (μm)	10.0 ± 2.0	11.0 ± 2.0	11.0 ± 2.0	13.0 ± 2.0	16.0 ± 2.0	19.0 ± 2.0
D50 (μm)	15 ± 1.0	16 ± 1.0	18 ± 1.0	20 ± 1.0	24 ± 1.0	29 ± 1.0
D90 (μm)	22 ± 3.0	24 ± 3.0	24 ± 3.0	32 ± 3.0	34 ± 3.0	44 ± 3.0
Dmax (μm)	≤ 50	≤ 60	≤ 60	≤ 70	≤ 70	≤ 100

3.2 标记

球化天然石墨产品标记由产品名称、本标准号、类别代号、型号数值组成。

示例：振实密度为 1.042 g/mL、粒度 D50 为 18.3 μm 的球化天然石墨产品，标记为：

球化天然石墨 JC/T 2315-II-18

4 要求

4.1 外观

球化天然石墨产品的色泽为银灰色或灰黑色，有金属光泽。在显微镜下观察为球形或类球形颗粒。

4.2 理化性能

球化天然石墨的理化性能应符合表 3 的规定。若有特殊要求由供需双方协商确定。

表3 球化天然石墨的理化性能要求

指 标	要 求
振实密度/(g/mL)	应符合表 1 要求
粒度分布	应符合表 2 要求
固定碳含量/%	≥ 99.95
灰分/%	≤ 0.05
水分/%	≤ 0.1
pH 值	6.0 ± 1.0
Fe/(mg/kg)	≤ 30
Ca/(mg/kg)	≤ 20
Al/(mg/kg)	≤ 10
Zn/(mg/kg)	≤ 0.5
Ti/(mg/kg)	≤ 0.2
Na/(mg/kg)	≤ 0.05
Cu/(mg/kg)	≤ 2
Co/(mg/kg)	≤ 10
Mo/(mg/kg)	≤ 2
Ni/(mg/kg)	≤ 0.2
Si/(mg/kg)	≤ 5
Cl/(mg/kg)	≤ 10
F/(mg/kg)	≤ 10
S/(mg/kg)	≤ 10

5 试验方法

5.1 外观检查

色泽检查在自然光条件下目测。形态检查在显微镜下进行观察。

5.2 振实密度的测定

按照附录 A 规定的方法进行。

5.3 粒度分布的测定

按照 GB/T 19077.1 规定的方法进行，分散液选用乙醇。

5.4 固定碳含量、灰分、水分的测定

按照 GB/T 3521 规定的方法进行。

5.5 pH 值的测定

按照 GB/T 9724 规定的方法进行。

5.6 微量金属元素的测定

按照附录 B 规定的方法进行。

5.7 氟离子和氯离子的测定

按照附录 C 规定的方法进行。

5.8 全硫含量的测定

按照附录 D 规定的方法进行。

6 检验规则

6.1 组批原则

以同一产地的天然鳞片石墨原料生产的同一类别和型号的 10 t 球化天然石墨为一批，批量过大时可分成若干小批。不足 10 t 仍按一批计。

6.2 取样和制样

6.2.1 袋装球化天然石墨按照 GB/T 13732 规定进行取样。

6.2.2 打开要采样的球化天然石墨袋口，用洁净的不锈钢取样钎（不锈钢牌号 316 或同等类型；直径不大于 30 mm；长度为 50 mm～70 mm）沿轴线插入袋子中，插入深度不得小于取样钎的 4/5，在袋子内物料中心轴线周围 20 mm 范围内取样。每袋中取样量根据本批的取样袋数确定，保证总样量不少 1 000 g。

6.2.3 将采集好的样品全部合并，倒在一个有足够强度和适当大小的洁净的正方形薄膜（或者纸、布）上，用翻滚法反复混合均匀（翻滚 15 次以上），再用四分法缩取 500 g 的试样两份，一份试验用，一份留作备样。制好的样品应密封保存，不应有受潮、被污染等现象。备用样品储存期不超过 36 个月。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

出厂检验项目为外观色泽、振实密度、粒度分布、固定碳含量、水分、pH 值。

6.3.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的全部项目。有下列情形之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产或定型鉴定时；
- b) 原材料有较大改变可能影响产品性能时；
- c) 生产工艺有变化时；
- d) 停产半年以上恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时；
- f) 质量监督机构或用户提出型式检验要求时；
- g) 正常生产时，每 6 个月进行一次。

6.4 判定规则

所有检验项目全部符合本标准要求，则判定该批产品合格。若有一项或一项以上不符合本标准要求时，应从该批产品中加倍取样对不符合项进行复验；若复验结果全部符合本标准要求，则仍判定该批产品合格，否则判定该批产品不合格。

7 包装和标志

7.1 球化天然石墨一般应用袋装。包装袋应坚固、清洁、密闭，具有防水、防潮功能。每袋净重 (25 ± 0.2) kg。特殊重量要求和特殊包装由供需双方商定。

7.2 包装应在干燥环境条件下(温度不大于 45℃、湿度不大于 75%的环境中)进行。

7.3 球化天然石墨产品的每个包装袋正面应有醒目的标志，标志至少应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品标记；
- c) 生产单位名称、地址、电话；
- d) 净重；
- e) 防雨、防潮标识。

7.4 每袋球化天然石墨产品应附有产品合格证，合格证上应标明产品名称、产品标记、生产日期或批号、检验结论和/或检验结果、检验员或检验单位标识。

8 运输和储存

球化天然石墨产品在运输和储存过程中，应防雨雪、防潮、防破包，避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存、混运。凡漏出包装袋外的产品不得返入包装袋内。

附 录 A
(规范性附录)
振实密度测定方法

A.1 仪器设备

A.1.1 振实密度测定仪：振动频率 (250 ± 15) 次/分，振幅 (3.0 ± 0.1) mm。

A.1.2 天平：感量不大于 0.01 g。

A.1.3 量筒：容积 250 mL，分度值不大于 5 mL，重量 (220 ± 40) g。

A.2 试验步骤

A.2.1 准确称量量筒的质量(精确至 0.01 g)，并记录。

A.2.2 量取烘干后的试样 (200 ± 10) mL，加入量筒中。加试样时，倾斜量筒并相对轴线作转动，以避免形成空隙。

A.2.3 称取量筒加试样的质量(精确至 0.01 g)，并记录。

A.2.4 轻拍量筒使样品的表面接近水平，塞上塞子。然后把量筒放到装填体积测定器的座架上，使量筒振动 1 250 次。

A.2.5 读取量筒中试样的体积(精确至 1 mL)。

A.3 结果计算

球化天然石墨的振实密度 P_t (g/mL) 按公式(A.1)计算(保留小数点后两位)：

$$P_t = \frac{m_2 - m_1}{V_t} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_2 ——量筒和试样的质量，单位为克(g)；

m_1 ——空量筒的质量，单位为克(g)；

V_t ——振实后试样的体积的数值，单位为毫升(mL)。

取两个平行试验结果的算术平均值作为报告值。

A.4 允许差

两个平行试验结果之间的绝对误差应不大于 0.03 g/mL。否则，应重新取样测定。

附 录 B
(规范性附录)
微量金属元素测定方法

B.1 方法提要

试样加入 25 mL 分析纯盐酸，搅拌，使试样完全浸入酸中，用微波消解仪溶解，经过滤、定容后，在酸性介质中，在选定的最佳条件下，试样中的待测元素在高温或化学反应的作用下变成原子蒸汽，从光源辐射出待测元素的特征波长光，该特征波长光通过原子化器时，被待测元素的基态原子所吸收，基态原子的浓度越大，吸收的光量越多。通过辐射光强度减弱的程度，可以得出试样中待测元素的含量。

B.2 仪器设备

B.2.1 原子吸收分光光度计或相同性能的其他仪器。其测定时的工作条件应符合表 B.1 的规定。

表 B.1 各元素含量测定参数

工作条件	被测元素										
	铁	钙	钠	硅	铜	镍	钴	锌	钼	铝	钛
波长/nm	248.3	422.7	589.0	251.6	324.7	232.0	240.7	213.9	379.8	309.3	276.8
光谱带宽/nm	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.2	0.2	0.5	0.4	0.4	0.4
灯电流/mA	2	2	1	5	2	2	2	2	2	3	3
燃烧器高度/mm	6	6	5	6	6	6	5	6	7	6	6
空气压力/MPa	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
乙炔气压力/MPa	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09
空气流量/(L/min)	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
乙炔流量/(L/min)	1.7	1.7	1.1	1.7	1.0	1.3	1.3	1.0	2.3	1.7	1.7
火焰类型	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰	还原性 黄色焰	氧化性 蓝色焰	氧化性 蓝色焰
注：测定时，应根据不同仪器对上述参数作适当的调整，以达到元素的最佳测定条件。											

B.2.2 微波消解仪或等同性能的消解装置：工作温度不小于 180℃。

B.2.3 样品罐：与微波消解仪配套。

B.2.4 分析天平：感量不大于 0.000 01 g。

B.2.5 玻璃容量瓶：容积 100 mL。

B.3 试剂

B.3.1 所用水应符合 GB/T 6682 中二级或三级水的要求。

B.3.2 所用试剂的纯度均在分析纯以上，且应符合下述要求：

a) 浓硝酸：65%以上；

- b) 浓盐酸：36%以上；
- c) 硝酸溶液：体积分数为 2%；
- d) 乙炔气：纯度 99.99% 以上，使用钢瓶装，配乙炔气专用减压调节器，出口压力 0.05 MPa～0.07 MPa。

B.3.3 贮备标准溶液：铁、钙、钠、硅、铜、镍、钴、铝、钼、锌、钛的标准溶液，浓度均为 10.00 $\mu\text{g/mL}$ ，可保存 1 年。

B.4 标准溶液

标准溶液按下述方法配制：

- a) 铁标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 铁贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的铁标准溶液；
- b) 钙标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 钙贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的钙标准溶液；
- c) 钠标准溶液：吸取 2mL、4mL、6mL、8mL、10mL 钠贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.4 $\mu\text{g/mL}$ 、0.6 $\mu\text{g/mL}$ 、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的钠标准溶液；
- d) 硅标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 硅贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的硅标准溶液；
- e) 铜标准溶液：吸取 5mL、10mL、15mL、20mL、25mL 铜贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.5 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 的铜标准溶液；
- f) 镍标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 镍贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的镍标准溶液；
- g) 钴标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 钴贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的钴标准溶液；
- h) 钼标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 钼贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的钼标准溶液；
- i) 铝标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 铝贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的铝标准溶液；
- j) 锌标准溶液：吸取 1mL、2mL、3mL、4mL、5mL 锌贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.3 $\mu\text{g/mL}$ 、0.4 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 的锌标准溶液；
- k) 钛标准溶液：吸取 10mL、20mL、30mL、40mL、50mL 钛贮备溶液，分别放入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，得到一组浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的钛标准溶液。

B.5 试样制备

称取 2.0 g 试样，精确至 0.000 01 g，置于清洗干净的消解罐中；加入 16 mL 盐酸(分析纯)，摇匀，消解；同样方法制作一个试样空白。拧紧样品盖，置于微波消解仪内消解。消解完后，冷却至室温，过滤，定容至 10 mL 玻璃容量瓶中。

B.6 分析步骤

B.6.1 检查仪器部件和气路，确保连接正确。将仪器面板上所有开关置“关断”位置，仪器面板上各调节器均处于最小位置。

B.6.2 装空心阴极灯：根据待分析元素选择、安装空心阴极灯。测定什么元素，换该种元素的空心阴极灯，放在灯架上用弹簧压住，并使灯阴极与灯架上的标记大致相平。

B.6.3 打开打印机、计算机、主机电源。打开空心阴极灯开关，调节空心阴极灯灯电流，使灯电流毫安表指示到所需的灯电流。预热 30min，使灯的发射强度极限达到稳定。拉开燃气室右壁上的两块挡光板，使光束通过燃烧室。

预热灯电流应与实际测量时所用的工作电流相同。灯在点燃后应观察发光的颜色，判断灯的工作是否正常(充氦气的灯颜色是橙色，充氩气的灯正常为淡紫色)。

B.6.4 按照仪器说明书的规定，设置仪器相应测试参数，在选定的最佳工作条件下，将空白、标准溶液依次吸入，制定标准曲线，然后再将制备的样品以同样的方法直接测定。

B.6.5 测量完成后，用纯水或蒸馏水吸喷 5 min。

B.7 结果计算与数据处理

读取仪器自动显示数据，按“保存”或“打印”保存测量数据或打印相应的数据和曲线。

附 录 C
(规范性附录)
阴离子的测定方法

C.1 方法提要

离子色谱法测定阴离子是利用离子交换原理进行分离，由抑制柱扣除淋洗液背景电导，然后利用电导检测器进行测定。根据混合标准溶液中各阴离子出峰的保留时间以及峰高可进行定性和定量测定各种阴离子。

分析无机阴离子通常用阴离子交换柱，其填料通常为季铵盐交换基团。样品溶液进样之后，首先与分析柱的离子交换位置之间直接进行离子交换(即被保留在柱上)，样品阴离子以静电相互作用进入固定相的交换位置，用淋洗液分析样品中的 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 Br^- 、 PO_4^{3-} ，保留在柱上的阴离子即被淋洗液中的 OH^- 基置换并从柱上被洗脱。不同阴离子与交换基团的作用力不同，在固定相中的保留时间也就不同，对树脂亲和力弱的分析物离子先于对树脂亲和力强的分析物离子依次被洗脱，从而彼此达到分离。淋出液经过化学抑制器，将来自淋洗液的背景电导抑制到最小，这样当被分析物离开进入电导池时就有较大的可准确测量的电导信号。如图 C.1 所示。

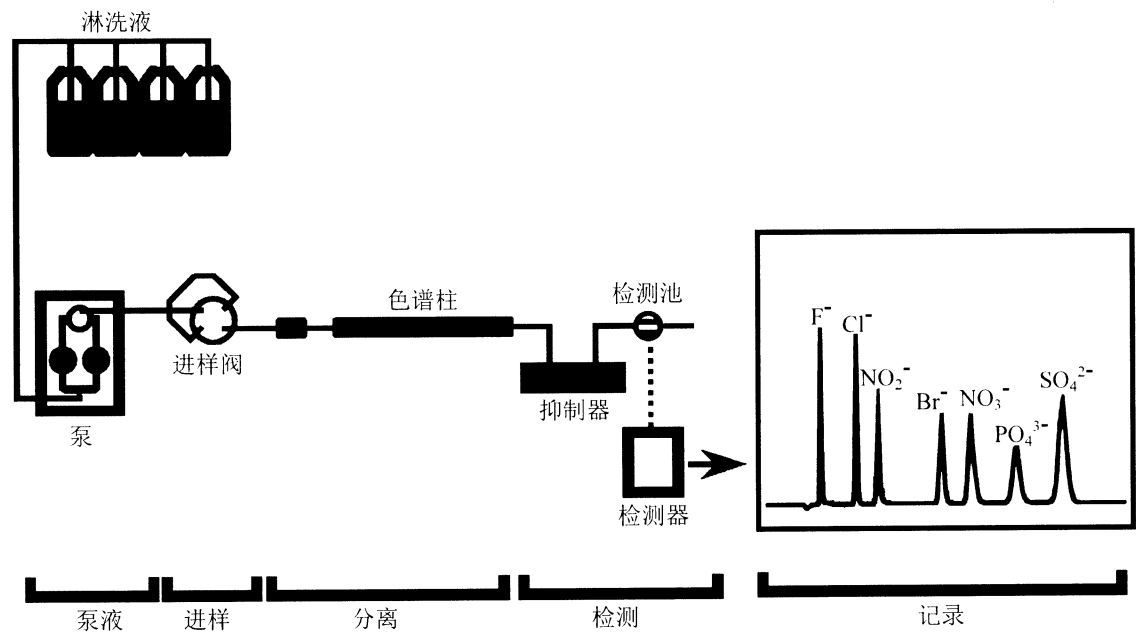


图 C.1 阴离子交换柱示意图

C.2 仪器设备

C.2.1 离子色谱仪：包括进样系统、分离柱及保护柱、抑制器、电导检测器(分辨率：0.10ns)。其工作参数应符合表 C.1 规定。

表 C.1 各种阴离子的测定工作参数

项 目	参 数
淋洗液浓度	4.5 mmol/L Na_2CO_3 /1.4 mmol/L NaHCO_3
淋洗液流速	1.2 mL/min
柱温	$(30 \pm 1)^\circ\text{C}$
检测池温度	$(34 \pm 1)^\circ\text{C}$
抑制器电流	50 mA
色谱柱	阴离子交换柱, 4×250 mm

C.2.2 滤器及滤膜: 0.22 μm 滤膜过滤。

C.2.3 分析天平: 感量不大于 0.000 1 g。

C.2.4 超声装置: 用于样品溶解, 玻璃器皿的清洗。

C.2.5 量筒: 200 mL。

C.2.6 微量注射器: 1 mL。

C.3 试剂

C.3.1 试剂: 均使用符合国家标准或者专业标准的分析纯试剂, 特殊情况另做说明。

C.3.2 纯水: 所用的水均应为电导率小于 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的去离子水, 并经过 0.22 μm 滤膜过滤。

C.3.3 淋洗液储备液 {碳酸氢钠 [$c(\text{NaHCO}_3) = 14 \text{ mmol/L}$] + 碳酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 45 \text{ mmol/L}$] 溶液}: 称取 2.352 g 碳酸氢钠 (NaHCO_3) 和 954 g 碳酸钠 (Na_2CO_3), 精准至 0.000 1 g, 溶于纯水中, 并稀释至 2 L。

C.3.4 淋洗液 {碳酸氢钠 [$c(\text{NaHCO}_3) = 1.4 \text{ mmol/L}$] - 碳酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 4.5 \text{ mmol/L}$] 溶液}: 用量筒量取 200 mL 淋洗液储备液, 并稀释至 2 L。

C.3.5 阴离子贮备标准溶液: 直接购买色谱纯级 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 Br^- 、 PO_4^{3-} 的标准溶液, 浓度均为 1 000 mg/L。

C.4 标准溶液

标准溶液按下述方法配制(配制的标准溶液保存在冰箱中, 保存期 3 个月):

- F^- 标准溶液 (20 mg/L): 吸取 2.00 mL F^- 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;
- Cl^- 标准溶液 (30 mg/L): 吸取 3.00 mL Cl^- 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;
- NO_2^- 标准溶液 (100 mg/L): 吸取 10.00 mL NO_2^- 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;
- Br^- 标准溶液 (20 mg/L): 吸取 2.00 mL Br^- 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;
- NO_3^- 标准溶液 (20 mg/L): 吸取 2.00 mL NO_3^- 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;
- SO_4^{2-} 标准溶液 (100 mg/L): 吸取 10.00 mL SO_4^{2-} 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀;

g) PO_4^{3-} 标准溶液(100 mg/L): 吸取 10.00 mL PO_4^{3-} 贮备溶液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。

混合阴离子系列标准溶液按下述方法配制:

分别准确吸取上述阴离子标准溶液 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL、4.00 mL, 于 6 个 100 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 摇匀。此混合阴离子系列标准溶液适合进样 50 μL , 检测器量程为 25 μs (见图 C.2)。

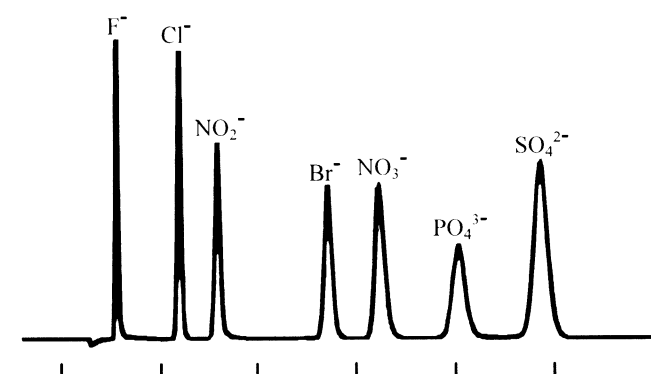


图 C.2 阴离子色谱图

C.5 试样制备

称取试样 1.0 g, 精确至 0.000 01 g, 倒入 50 mL 烧杯中, 加入 40 mL 纯水, 经超声波处理 3 min, 过滤, 用纯水定容到 100 mL 容量瓶。在 30 min 内测定。

C.6 分析步骤

C.6.1 将配置好的淋洗液、待测液都放置到位, 检查好排液桶的水位。

C.6.2 打开离子色谱仪, 按仪器操作说明书打开仪器各单元电源。

C.6.3 按照表 C.1 设置色谱仪操作条件。

C.6.4 待基线稳定后, 用微量注射器取大于进样器体积的阴离子混合标准溶液(注射器应事先用蒸馏水洗 3 次, 再用样品溶液洗 3 次, 并注意不要吸入气泡), 点击数据采集, 分析即开始。

C.7 结果计算与数据处理

C.7.1 设置好定量分析程序。

C.7.2 离子色谱仪用 7 种阴离子的标准溶液的分析结果建立或修改定量分析表(ID), 即在 ID 表中输入各阴离子的保留时间和浓度等数值, 并计算出校正因子, 以保留时间定性, 峰面积定量。

C.7.3 读取离子色谱仪仪器自动显示数据及计算结果, 按“保存”或“打印”可保存测量数据或打印相应的数据和曲线。

附 录 D
(规范性附录)
全硫的测定方法

D.1 方法提要

采用紫外荧光法测定原理，试样直接进入裂解管或进样舟中，由进样器将试样送至高温燃烧管，在富氧条件中，硫被氧化成二氧化硫(SO_2)；试样燃烧生成的气体除去水后被紫外光照射，二氧化硫吸收紫外光的能量转变为激发态的二氧化硫(SO_2^*)，当激发态的二氧化硫返回到稳定态的二氧化硫时发射荧光，并由光电倍增管按特定波长检测接收，发射的荧光对于硫来讲完全是特定的并且与原样品中的硫含量成正比。再经微电流放大器放大，计算和数据处理，即可转换为与光强度成正比的电信号。

使用紫外荧光硫测定仪对试样进行分析时，首先用硫的标准样品做出相应的标准曲线，调用相应的标准曲线进行试样分析，就可测出该待测试样中的硫含量。其工作原理及气路流向如图 D.1 所示。

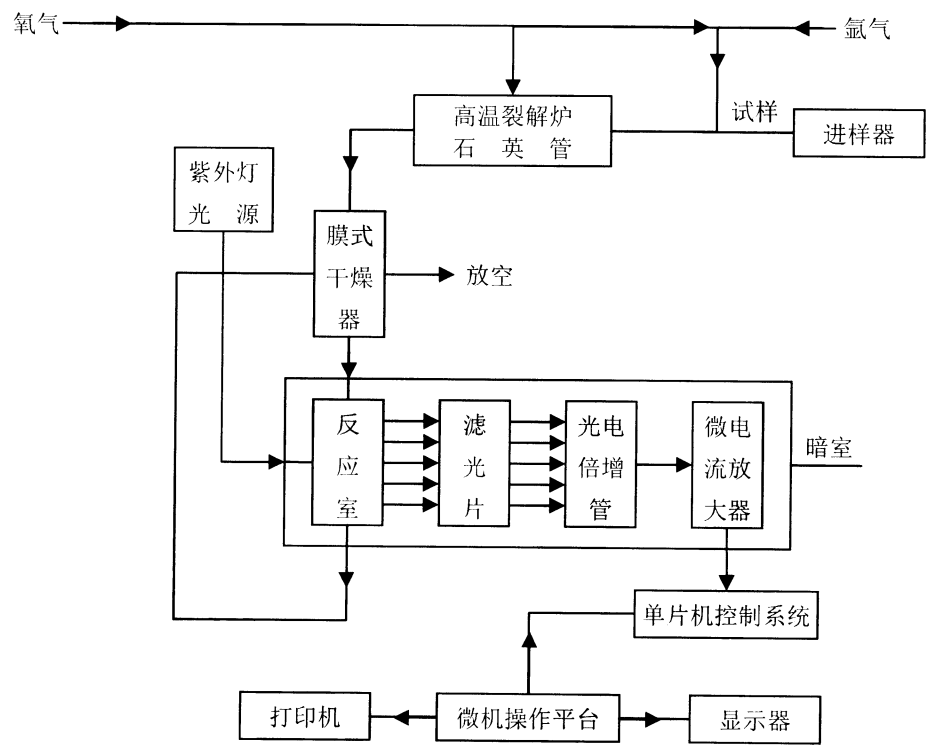


图 D.1 紫外荧光硫测定仪示意图

D.2 仪器设备

D.2.1 电子天平：感量为 0.000 01 g。

D.2.2 紫外荧光硫测定仪：包括进样器、高温裂解炉石英管、膜式干燥器、紫外灯光源、反应室、滤光片、光电倍增管、微电流放大器、单片机控制系统、显示器、微机操作平台、打印机等。其工作条件应符合下列要求：

- a) 环境温度：5℃～35℃；
- b) 相对湿度：≤85%；

- c) 周围应避免温度的急剧变化和阳光的直射;
- d) 周围无强烈振动、灰尘、腐蚀性气体、强电磁或强磁场干扰;
- e) 电源: 交流电压: $(220 \pm 22)V$ 、 $(50 \pm 1)Hz$, 功率: $\geq 3kW$ 。最好配备功率大于 500W 的 UPS (供给计算机和测定仪主机控制部分);
- f) 仪器主机与温控电源需分相, 安装应不免同大功率高频电子设备接在同一电源上。
- g) 仪器安装应有良好的地线, 其对地电阻应小于 5Ω ;
- h) 气路的连接管线应适用清洁、干燥的 $\phi 3$ 聚四氟乙烯管或不锈钢管;
- i) 备有适合的工作台面, 以便放置仪器;
- j) 建议使用带有空调的房子。

D.3 标准曲线的制作步骤

按使用说明书将整套仪器的水、电、气、地线连接好。检查有无漏水、漏电或漏气, 确保正确无误后再按以下步骤开机操作:

- a) 打开仪器温控、风扇开关, 让裂解炉升温, 裂解炉温度设计为 $1050^{\circ}C$, 尽量不超过 $1100^{\circ}C$, 如需改变温度设定请按控制器的使用说明书进行操作;
- b) 气体流量选择:
 - 裂解氧气流量: 裂解氧流量的大小直接影响到试样的氧化裂解反应, 关系到试样中硫化物转换为二氧化硫的转化率。分析时需使裂解氧过量, 以保证试样能充分燃烧, 裂解管内不积炭; 同时流量也不能过大, 否则不利于硫化物转化为二氧化硫的反应, 使试样气中二氧化硫的荧光发射强度降低。裂解氧流量一般调至 $450 mL/min \sim 500 mL/min$, 推荐使用 $480 mL/min$ 左右;
 - 进口氧气流量: 推荐使用 $30 mL/min$ 左右;
 - 载气氩气流量: 将汽化后的试样带进裂解管内, 使试样进行后氧化裂解反应, 为使试样能平稳有效地吹进, 可选用 $80 mL/min \sim 160 mL/min$ 范围内的流量值, 推荐使用 $100 mL/min$ 左右。
- c) 打开计算机和温控、风扇、放大电源, 按仪器使用说明书进行操作, 建立标准曲线;
- d) 进样器位置和进样速率一般设为 3 和 6;
- e) 标样浓度最低浓度值和最高浓度值之间一般相差不超过 10 倍;
- f) 主机的电平指示显示值在最高浓度测量时的峰高不超过 $3.0V$;
- g) 标准曲线绘制时, 标样必须新打开, 否则会导致曲线线性度较差, 导致试样测量结果不准;
- h) 系统各参数量以最后标准曲线绘制时界面上参数值而确定, 通过改变 PMT 高压进行标样校正时, 一旦系统退出, 再次调整该标准曲线时, PMT 高压则恢复到原始标准曲线的 PMT 高压值, 但标准曲线上各不同浓度的序号、含量、积分数和进样量的添加、修改和删除, 则被固定在标准曲线上。

D.4 分析步骤

- D.4.1 连接检查好各气路、电源线和各连接线。
- D.4.2 打开高纯氧和高纯氩总阀, 分压调至 $0.2 MPa \sim 0.3 MPa$, 并调节针形阀至规定流量。
- D.4.3 打开温控、风扇和主机电源, 让温控升至设定值 (正常值为 $1050^{\circ}C$)。
- D.4.4 打开荧光硫执行程序, 联机, 开高压和荧光灯, 让紫外荧光灯稳定 30 min 以上。
- D.4.5 调出相应标准曲线或重新做标准曲线。
- D.4.6 打开进样器开关, 选择与试样浓度相近的标样进行单点校正, 如发现略有偏差, 可通过改变高压来调整。

D.4.7 进行试样分析。

D.5 结果计算与数据处理

读取紫外荧光硫测定仪自动显示数据,按“保存”或“打印”可保存测量数据或打印相应的数据和曲线。
