

ICS 73.080
CCS Q 51

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2783—2023

石墨中碳化硅含量的测定方法

Test method for silicon carbide content in graphite

2023-12-20 发布

2024-07-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：郴州市产商品质量监督检验所、广东德实检验有限公司、浙江科马摩擦材料股份有限公司、永州市产商品质量监督检验所、湖南省产商品质量检验检测研究院、湖南省产商品评审中心、江西新新材料股份有限公司、江西紫宸科技有限公司、河南易成新能源股份有限公司、黑龙江省第一地质勘查院、中国建筑材料工业地质勘查中心黑龙江总队、咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：李建新、周智勇、刘欣、王银凤、刘芳、曾小明、王宗和、曾令平、张卓佳、谭柯、曾贤明、程学勤、田家利、崔丹、田宁郴、刘伟、李勇、刘东任、靳立国、汪雨涵、玄洪艳、邓聪秀、王安乐、曹德斌、周云辉、何泽涵、辛玲、张红林。

石墨中碳化硅含量的测定方法

1 范围

本文件规定了石墨中碳化硅含量测定的原理、试剂、仪器设备、样品制备、试验步骤、结果计算和精密度。

本文件适用于石墨中碳化硅含量的测定，测定范围：0.000 5%~3.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般规定

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或纯度相当的水。

5 原理

定量称取样品置于石英皿中，于 650 °C 灰化完全后取出冷却，滴加一定量盐酸，蒸至近干，加水，过滤，高频红外碳硫分析仪测定灰分中的碳含量，根据碳化硅与碳的摩尔质量比计算出样品的碳化硅含量。

6 试剂

6.1 盐酸溶液： $\rho=1.19$ g/mL。

6.2 盐酸溶液：1+3。

6.3 氧气：纯度不低于 99.99%。

6.4 纯铁：碳的质量分数不高于 0.001%。

6.5 纯钨：碳的质量分数不高于 0.001%。

6.6 碳标准物质：碳化硅或有明确碳含量的有证标准物质。

7 仪器设备

- 7.1 高频红外碳硫分析仪：碳检测器灵敏度 $\leq 0.0001\%$ ，分析精度(RSD) $\leq 0.5\%$ 。
 7.2 高温炉：额定温度不低于 1100°C ，控温精度 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 。
 7.3 电热板：室温 $\sim 300^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
 7.4 电子天平：精度不低于 0.1mg 。
 7.5 电热鼓风干燥箱：最高使用温度不低于 200°C ，控温精度 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
 7.6 瓷坩埚：高频红外碳硫分析仪专用坩埚，使用前须在 $(1050\pm 20)^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 2h 。
 7.7 石英皿： 200mL 。
 7.8 玻璃干燥器。

8 样品制备

从每批产品中随机抽取4袋，从每袋中取样约 1000g 。将所取样品充分混匀，以四分法分取约 1000g 样品，全部粉碎至通过 $75\mu\text{m}$ 标准筛，再分取约 100g 样品，于 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘 2h ，取出置于玻璃干燥器中冷却后备测。

9 试验步骤

9.1 仪器校准与验证

- 9.1.1 开机检查测试系统气密性，按照仪器说明书的要求设定测试参数。
 9.1.2 瓷坩埚使用前须在 $(1050\pm 20)^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 2h 。
 9.1.3 称取适量($0.01\sim 0.03\text{g}$)的碳标准物质(见6.6)，精确至 0.1mg ，置于瓷坩埚中，按9.2.4操作，重复测定不少于3次，进行仪器校准。
 9.1.4 参考9.1.3的称样量，称取适量碳标准物质(见6.6)，精确至 0.1mg ，按9.2.4操作，若标样测试结果在标准值允许的误差范围内，则可测试样品，否则需要重新进行仪器校准。

9.2 样品测定

- 9.2.1 按表1称取样品(精确至 0.1mg)置于 800°C 灼烧后的石英皿中，放入高温炉内，微开炉门，于 $(650\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 灰化完全。
 9.2.2 将上述石英皿置于电热板上，滴加 3mL 盐酸(见6.2)，在 $120^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 范围内蒸至近干，加入 5mL 水，用定量滤纸过滤，再用水清洗石英皿 $3\sim 5$ 次，确保残渣全部转移到滤纸上。
 9.2.3 将盛有灰分的滤纸装入瓷坩埚中，放入高温炉内，微开炉门，从室温升至 650°C ，至滤纸灰化完全，取出，置于玻璃干燥器中冷却备测。
 9.2.4 称取 1.5g 纯钨(见6.5)和 1.0g 纯铁(见6.4)放入盛有处理后灰分的瓷坩埚中(见9.2.3)，将初始样品质量录入高频红外碳硫分析仪分析软件，启动已校准好的高频红外碳硫分析仪，测量其碳含量 ω_{C} 。平行测定不少于3次。

表1 称样量

样品灰分含量	样品量 g
$\leq 0.30\%$	10.0
$0.30\%\sim 0.60\%$	5.0
$0.60\%\sim 1.50\%$	2.0
$1.50\%\sim 3.00\%$	1.0

9.3 空白试验

随同试料进行空白试验，重复测定直到读数稳定为止。记录最后的三次读数，计算平均值，并参考仪器说明书进行空白校准。不同量程或通道，应分别测其空白值并校准。

10 结果计算

样品中碳化硅含量 ω_{SiC} 按公式(1)计算：

$$\omega_{\text{SiC}} = \omega_{\text{C}} \times 3.3384 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_{SiC} ——碳化硅含量，%；

ω_{C} ——仪器测量的碳含量，%；

3.338 4——C 质量换算为 SiC 质量的系数的数值。

取平行测定结果的算数平均值作为测定结果，结果按 GB/T 8170 修约至三位有效数字。

11 精密度

11.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

质量分数	0.201%	0.498%	0.994%	1.966%
重复性限	0.014%	0.022%	0.037%	0.085%

11.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%。再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表3 再现性限

量分数	0.201%	0.498%	0.994%	1.966%
重复性限	0.020%	0.025%	0.050%	0.100%

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
石墨中碳化硅含量的测定方法
JC/T 2783—2023

*

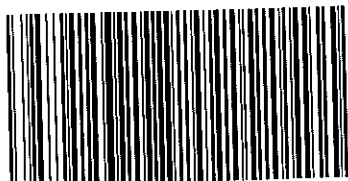
中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
北京市青云兴业印刷有限公司
版权所有 不得翻印

*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2024 年 5 月第一版 2024 年 5 月第一次印刷
印数：1—800 册 定价：20.00 元
书号：155160·4436

*

编号：1805



JC/T 2783—2023

网址：www.standardenjc.com 电话：(010)51164708
地址：北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编：100024
本标准如出现印装质量问题，由发行部负责调换。