

ICS 73.080
CCS Q 51

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2571—2020

高纯石墨中微量元素测定方法

Determination of trace elements in high purity graphite

2020-12-09 发布

2021-04-01 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：咸阳非金属矿研究设计院有限公司、鸡西市普晨石墨有限责任公司、陕西煤田地质化验测试有限公司、南方石墨有限公司、西安理工大学、郑州国粉联科技有限公司、佛山市顺德区质量技术监督标准与编码所、石家庄硕若科技有限公司、凯盛石墨碳材料有限公司、国家非金属矿制品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：侯彩红、杨辉、徐元成、刘涛、童孟、谢情茂、刘广钧、盖东海、李仁涛、关瑞、何月、张豪、朱萌、江志国、任东风、文贵强、吕国良、涂川俊。

本文件为首次发布。

高纯石墨中微量元素测定方法

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定高纯石墨中微量元素的术语和定义、一般规定、方法原理、干扰的消除、试剂和材料、仪器和设备、试验方法、测定、结果计算、精密度和回收率。

本文件适用于灰分含量小于 0.1% 高纯石墨中铝、钡、钙、铁、镁、锰、镍、硅、钠、钛、钒、锌 12 种元素的测定。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6003.1 试验筛技术要求和检验 第 1 部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电感耦合等离子体 inductively coupled plasma (ICP)

由高频(约 2 500 Hz)电磁场感应所产生的等离子体。

3.2

高频发生器 high frequency generator

给耦合线圈和等离子体提供高频能量的高频功率源。

3.3

等离子炬管 plasma torch

维持电感耦合等离子体(ICP)稳定放电的装置。

3.4

入射功率 incident power

由高频发生器输送给耦合线圈和等离子体的净功率。

3.5

观测高度 observation height

选取等离子炬曝光部位的高度。

3.6

冷却气 coolant gas

冷却炬管和维持等离子体的炬管最外层气流。

3.7

辅助气 auxiliary gas

点燃等离子体，等离子炬形成后可以停止通气的炬管中间管气流。

3.8

载气 carrier gas

使液体雾化成气溶胶，并载带气溶胶进入等离子体的炬管内管气流。

4 一般规定

4.1 制取的测定样品应装在塑料袋或磨口瓶中，试样量不少于 50 g。

4.2 除非另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

5 方法原理

试样溶液经雾化系统雾化后形成气溶胶，由载气带入等离子内，在高温和惰性氩气气氛中蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发时，电子在原子内不同能级跃迁，当由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射，通过确定这种特征辐射的波长及其相对强度，可对各元素进行定性或定量分析。

6 干扰的消除

6.1 采用合适的分离方法和选择合适的元素谱线、观测高度、入射功率和载气流量，可将光源中的一些干扰效应限制在一定的水平上。对于光谱干扰可采用基于校正干扰系数的方法、分离方法或采用仪器厂家提供的软件进行校正。对于非光谱干扰效应采用基体匹配或标准加入法等进行校正。

6.2 试样溶液与标准溶液的介质和酸度应尽量一致，保证仪器对溶液提吸速率的稳定，可消除试样产生的物理干扰。

7 试剂和材料

7.1 盐酸(密度为 1.19 g/mL)；

7.2 硝酸(密度为 1.42 g/mL)；

7.3 按 GB/T 602 规定制备标准溶液或使用有证单元素溶液、有证多元素混合溶液；

7.4 四硼酸锂($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)；

7.5 盐酸溶液(1+1)；

7.6 稀释剂：称取(20.0±0.1)g 四硼酸锂于 100 mL 铂皿中，放置于 1000 °C 的高温炉中熔融 5 min 熔为液体，取出并冷却。将铂皿放入 2L 玻璃烧杯中。加入 1000 mL 盐酸溶液(1+1)。缓慢加热并不断搅拌溶液直至四硼酸锂完全溶解。溶解后，用水冲洗铂皿和搅拌棒到四硼酸锂溶液中，立即将温热溶液定量转移至 2L 容量瓶中，用水稀释至约 1800 mL 以避免结晶。将溶液混匀并冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀，用滤纸真空过滤整个溶液，过滤后的溶液与水 1:1 稀释，备用。

8 仪器和设备

8.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪应符合以下条件：

- a) 发射功率: 1.3 kW;
 - b) 等离子气流量: 15 L/min;
 - c) 辅助气流量: 0.20 L/min;
 - d) 雾化器流量: 0.80 L/min;
 - e) 进样速度: 1.5 mL/min;
 - f) 波长: 参见附录 A。
- 8.2 天平: 感量不大于 0.1 mg。
 - 8.3 恒温干燥箱: 最高温度不低于 120℃, 控温精确度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。
 - 8.4 高温炉: 最高温度不低于 1 100℃, 控温精确度 $\pm 20^\circ\text{C}$ 。
 - 8.5 电热板。
 - 8.6 铂皿: 容量为 50 mL~100 mL。
 - 8.7 铂包头坩埚钳。
 - 8.8 碳化钨研磨机。
 - 8.9 试验筛: 孔径为 0.075 mm 符合 GB/T 6003.1 要求。
 - 8.10 真空过滤装置。
 - 8.11 氩气: 纯度不小于 99.999%。

9 试验方法

9.1 样品制备

- 9.1.1 将样品粉碎至全部通过 0.075 mm 的试验筛。
- 9.1.2 将试样在 105℃~110℃ 下干燥至恒重, 并置于干燥器中冷却至室温, 备用。

9.2 试验步骤

- 9.2.1 称取 3 g~5 g (精确至 0.000 1 g) 干燥至恒重的试样, 置于 50 mL 铂皿中。
- 9.2.2 将铂皿置于高温炉中, 从室温开始加热至 $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$, 直至灼烧到无黑色斑点。将铂皿转移到干燥器中, 冷却至室温。
- 9.2.3 用称量纸在分析天平上称取 0.5 g (精确至 0.000 1 g) 四硼酸锂粉末。将四硼酸锂均匀地洒在灼烧后样品灰分上面。使用铂包头坩埚钳将铂皿置于 $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$ 的高温炉中 1 min~2 min。使用铂包头坩埚钳轻轻旋转熔体以熔解灰分。继续在高温炉中加热 2 min~3 min 直至获得透明的熔体。理想的熔合效果是冷却后的熔体在铂皿内看起来像透明玻璃。不透明的熔体可能表明熔合不良, 并且一些灰分在熔解步骤中可能不熔。若熔合不良, 请重复上述操作。
- 9.2.4 待熔体在冷却板上冷却 5 min~10 min 后, 加入 25 mL 盐酸溶液 (1+1), 立即放在电热板上。将溶液加热至微沸, 并用聚四氟乙烯搅拌棒不断搅拌, 在搅拌下不断加水, 保持液体体积在 25 mL 左右, 溶解时间不超过 30 min, 直至熔体完全溶解。若有晶体析出, 请重复上述操作。
- 9.2.5 从加热板上取下铂皿, 用水冲洗铂皿, 洗液转入 100 mL 塑料容量瓶, 用水稀释至刻度, 混匀。同时做试剂空白试验。

10 测定

- 10.1 用稀释剂 (7.6) 配制一组适宜浓度的标准使用液, 推荐浓度参见附录 B。

10.2 若试样溶液谱线强度超出标准曲线线性范围,可用稀释剂(7.6)稀释试样溶液和空白溶液,使其谱线强度在标准曲线线性范围内。试样溶液中待测元素质量浓度至少为该元素检出限三倍。检出限的测定方法参见附录C。

11 结果计算

按公式(1)计算样品中每种元素的含量:

$$M = \frac{A \times V \times n}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- M——所测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A——所测元素在分析溶液中的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m——样品质量,单位为克(g);
- n——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比的数值。

测定结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

12 精密度

12.1 重复性

样品中各元素含量大于 10 mg/kg 时,在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。样品中各元素含量小于 10 mg/kg 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

12.2 再现性

样品中各元素含量大于 10 mg/kg 时,在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。样品中各元素含量小于 10 mg/kg 时,在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

13 回收率

回收率范围见表 1。

表1 回收率范围

被测组分含量 mg/kg	回收率范围 %
>100	90~105
1~100	90~110
0.1~1	80~110
<0.1	60~120

附录 A
(资料性)
铝等 12 种元素分析建议的波长

铝等 12 种元素分析建议的波长见表 A. 1。

表A.1 铝等 12 种元素分析建议的波长

元素	波长 nm
铝	237.313, 256.799, 308.216, 396.152
钡	455.403, 493.410
钙	317.933, 393.367, 369.847
铁	259.940
镁	279.079, 279.553
锰	257.610, 294.920
镍	231.604, 241.476, 352.454
硅	212.412, 251.611, 288.159
钠	588.995, 589.3, 589.592
钛	334.941, 337.280
钒	292.402
锌	202.548, 206.200, 213.856

附 录 B
(资料性)
铝等 12 种元素标准溶液建议浓度

铝等 12 种元素标准溶液建议浓度见表 B.1。

表B.1 铝等 12 种元素标准溶液建议浓度

元素名称	标准系列溶液浓度 mg/L					
	1	2	3	4	5	6
铝	0	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
钡	0	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
钙	0	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
铁	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0
镁	0	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
锰	0	0.05	0.1	0.5	1.0	5.0
镍	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0
硅	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0
钠	0	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
钛	0	0.05	0.1	0.5	1.0	5.0
钒	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0
锌	0	0.05	0.1	0.5	1.0	5.0

附录 C
(资料性)
检出限测定方法

配制 4~5 个质量浓度成比例的待测元素的标准溶液及空白溶液，调节仪器至最佳工作状态，测定系列标准溶液的强度值，绘制标准曲线，同时连续 10 次测定空白溶液的质量浓度值。

检出限以 D 计，数值以 $\mu\text{g/mL}$ 表示，按公式(C.1)计算：

$$D = 3s \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

s ——标准偏差，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

空白溶液的标准偏差 s ，按公式(C.2)计算：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

x_i ——空白溶液单次测定值，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

\bar{x} ——空白溶液测定平均值，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

n ——测定次数。

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
高纯石墨中微量元素测定方法
JC/T 2571—2020

*

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 0.75 字数 18 千字
2021 年 3 月第一版 2021 年 3 月第一次印刷
印数：1—800 册 定价：20.00 元
书号：155160·2327

*

编号：1434



JC/T 2571—2020

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。