

ICS 71. 040. 40
Q 64
备案号:20455—2007

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021. 5—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法 第 5 部分 石墨矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock
Part 5: Methods for chemical analysis of graphite

2007 - 04 - 13 发布

2007 - 10 - 01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 试验方法	1
3.1 水分的测定	1
3.2 挥发分的测定	1
3.3 灰分的测定	2
3.4 固定碳的测定	2
3.5 三氧化硫的测定	5
3.6 二氧化碳的测定	6
3.7 二氧化硅的测定	6
3.8 三氧化二铁的测定	6
3.9 三氧化二铝的测定	7
3.10 二氧化钛的测定	7
3.11 氧化钙、氧化镁的测定	7
3.12 氧化钾、氧化钠的测定	8
3.13 氧化锰的测定	8
3.14 五氧化二磷的测定	8

淮安市图书馆

前 言

JC/T 1021《非金属矿物和岩石化学分析方法》分为以下部分：

- 第1部分：术语和通则；
- 第2部分：硅酸盐岩石、矿物及硅质原料化学分析方法；
- 第3部分：碳酸盐岩石、矿物化学分析方法；
- 第4部分：滑石矿化学分析方法；
- 第5部分：石墨矿化学分析方法；
- 第6部分：萤石矿化学分析方法；
- 第7部分：重晶石矿化学分析方法；
- 第8部分：石膏矿化学分析方法；
- 第9部分：水镁石矿化学分析方法；

.....

本部分为 JC/T 1021 的第 5 部分。

本部分由中国建筑材料工业协会提出。

本部分由咸阳非金属矿研究设计院归口。

本部分主要起草单位：中国建筑材料工业地质勘查中心、中国建筑材料工业地质勘查中心陕西总队。

本部分主要起草人：杨向农、段大桂、徐晓萌。

本部分为首次发布。

非金属矿物和岩石化学分析方法

第5部分 石墨矿化学分析方法

1 范围

本部分规定了石墨矿石主要成分化学分析方法。

本部分适用于石墨矿成分分析。

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。

JC/T 1021.1—2007《非金属矿物和岩石化学分析方法》第1部分:术语和通则

JC/T 1021.2—2007《非金属矿物和岩石化学分析方法》第2部分:硅酸盐岩石、矿物及硅质原料化学分析方法

3 试验方法

本部分遵守 JC/T 1021.1—2007 中的相关条款。

3.1 水分的测定(标准法)

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.13 条进行。试样粒度小于 100 μm 。

3.2 挥发分的测定

3.2.1 方法提要

试料在隔绝空气的容器中,于 950℃±20℃的高温炉中灼烧 7 min,所减少的质量为挥发分的量。

3.2.2 仪器设备

3.2.2.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.2.2.2 箱式高温炉:最高温度不低于 1 000℃。

3.2.3 试样

3.2.3.1 试样粒度小于 100 μm 。

3.2.3.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.2.4 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于已恒重的双盖瓷坩埚中,平铺在坩埚底部,盖好双盖,将坩埚放在坩埚支架上,迅速放入已升温至 950℃±20℃的高温炉的恒温区内,立即关好炉门(3 min 内炉温必须达到 950℃±20℃,否则重新试验),温度上升至 950℃±20℃后灼烧 7 min,取出稍冷,放入干燥器中冷却至室温,称重。

注:坩埚支架用镍铬丝或镍铬板制成,支架的高度保证放置的坩埚底部距离炉膛底部 20 mm~30 mm。

3.2.5 分析结果计算

3.2.5.1 挥发分的含量以质量分数 $\omega(\text{V})$ 计,数值以 10⁻² 或 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega(\text{V}) = \frac{m_s + m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_s ——试料质量,单位为克(g);

m_1 ——空坩埚质量,单位为克(g);
 m_2 ——残渣加坩埚质量,单位为克(g)。

3.2.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.2.6 允许差

测定结果的允许差(见表 1)。

表 1

挥发分的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<10	0.50	0.55
≥10	0.60	0.65

3.3 灰分的测定(标准法)

3.3.1 方法提要

试料在氧气充足的条件下经高温灼烧,使碳、结晶水、碳酸盐、硫和有机质等分解挥发而失去,所得残余物为灰分。

3.3.2 仪器设备

3.3.2.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.3.2.2 箱式高温炉:最高温度不低于 1 100℃。

3.3.3 试样

3.3.3.1 试样粒度小于 100 μm。

3.3.3.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.3.4 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样,平铺于已恒重的瓷坩埚或瓷舟中(试样厚度不超过 5 mm),先放在高温炉口预热 1 min~2 min,再送入 900℃~1 000℃的高温炉中,稍开炉门使试样充分氧化,灼烧至无黑色斑点为止,取出稍冷,放入干燥器中冷却至室温,称重。再在同样温度下反复灼烧,直至恒重。

注:对含碳量较低的试样可不预热,直接灼烧至恒重。

3.3.5 分析结果计算

3.3.5.1 灰分的含量以质量分数 $\omega(A)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(2)计算:

$$\omega(A) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——残渣加坩埚质量,单位为克(g);
 m_2 ——空坩埚质量,单位为克(g);
 m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.3.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.3.6 允许差

测定结果的允许差(见表 2)。

表 2

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

3.4 固定碳的测定

3.4.1 方法类别

- a) 硝酸处理-烧碱石棉吸收重量法(标准法)
测定范围:≤30%。
- b) 间接法(标准法)

测定范围: $>30\%$ 。

3.4.2 硝酸处理-烧碱石棉吸收重量法

3.4.2.1 方法提要

试料经硝酸处理,烘干后在低温处灼烧除去碳酸盐和有机碳,于氧气流中(管式炉内)高温灼烧使固定碳生成 CO_2 ,用烧碱石棉吸收。以铬酸铅消除硫和卤素的干扰,根据吸收管增加的重量计算固定碳的含量。

3.4.2.2 试剂

3.4.2.2.1 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)

3.4.2.2.2 无水氯化钙:经二氧化碳饱和并于 $200^\circ\text{C} \sim 205^\circ\text{C}$ 烘干 1 h 左右。

3.4.2.3 仪器设备

3.4.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.0001 g 。

3.4.2.3.2 固定碳测定装置(见图 1)

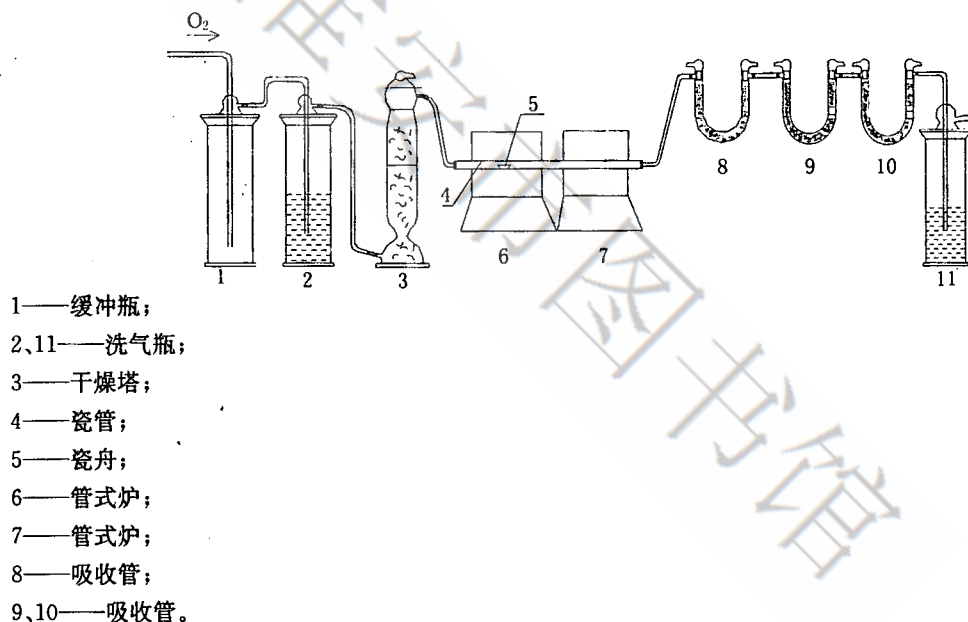


图 1 固定碳测定装置

3.4.2.3.2.1 洗气瓶(2,11):内装浓硫酸。

3.4.2.3.2.2 干燥塔(3):下部装烧碱石棉,上部装无水氯化钙(3.4.2.2.2)。

3.4.2.3.2.3 瓷管(4):长 $100 \text{ cm} \sim 110 \text{ cm}$,管内填充物如图 2 所示。

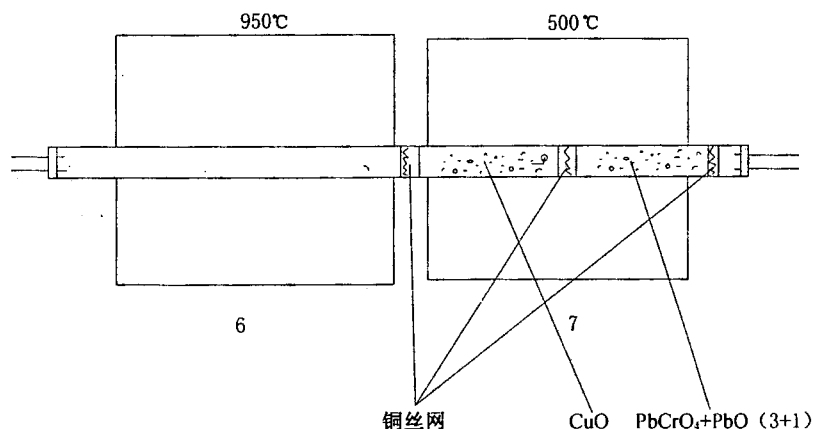


图 2 瓷管填充物示意图

3.4.2.3.2.4 管式炉(6):温度为 $950^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

3.4.2.3.2.5 管式炉(7):温度为 $500^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

3.4.2.3.2.6 吸收管(8):U形管(直径12 mm、长200 mm),内装无水氯化钙(3.4.2.2.2)。
3.4.2.3.2.7 吸收管(9、10):U形管(直径12 mm、长200 mm),两端具有磨口玻璃塞,管内三分之二装烧碱石棉(进气端),三分之一装无水氯化钙(3.4.2.2.2),中间用少量脱脂棉隔开,两端塞脱脂棉固定。

3.4.2.4 试样

3.4.2.4.1 试样粒度小于100 μm。
3.4.2.4.2 试样在105℃~110℃干燥2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.2.5 分析步骤

3.4.2.5.1 称取约0.3 g(精确至0.000 1 g)试样,均匀铺于瓷舟中,缓慢滴加数滴硝酸(3.4.2.2.1)使其充分润湿,置于低温电热板上缓慢烤干,移入高温炉内(置于炉膛中间)。从低温升至350℃±20℃灼烧2 h左右,取出冷却后备用(若发现试样表面变色,说明炉温过高,部分石墨已被氧化,则须重新试验)。
3.4.2.5.2 连接仪器装置,待第二节炉预热到规定的温度(第一节950℃±20℃、第二节500℃±20℃),通入氧气,调节流速为每秒5~6个气泡,同时检查整个仪器的密封性,进行空白试验,通气20 min,取下吸收管(9)、(10)称重。重复以上步骤,直至两次称量之差不大于0.000 5 g为止。
3.4.2.5.3 将恒重的吸收管(9)、(10)装好,取下高温部分瓷管前端的橡皮塞,将盛有处理好试样的瓷舟推至瓷管中的高温区,迅速塞紧橡皮塞,通入氧气20 min,取下吸收管(9)、(10),擦拭干净后称重。

3.4.2.6 分析结果计算

3.4.2.6.1 固定碳的含量以质量分数 $\omega(C_{GD})$ 计,数值以 10^{-2} 或%表示,按(3)式计算:

$$\omega(C_{GD}) = \frac{(m_1 + m_2) \times 0.272\ 9}{m_s} \times 100 \quad (3)$$

式中:

m_1 ——吸收管(9)吸收后增加的质量,单位为克(g);
 m_2 ——吸收管(10)吸收后增加的质量,单位为克(g);
 m_s ——试料质量,单位为克(g);

0.272 9——二氧化碳相当于碳的换算系数。

3.4.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.2.7 允许差

测定结果的允许差(见表3)。

表3

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

3.4.3 间接法

3.4.3.1 方法提要

从总量中差减挥发分、灰分得固定碳含量。

3.4.3.2 分析结果计算

3.4.3.2.1 固定碳的含量以质量分数 $\omega(C_{GD})$ 计,数值以 10^{-2} 或%表示,按式(4)计算:

$$\omega(C_{GD}) = 100 - [\omega(V) + \omega(A)] \quad (4)$$

式中:

$\omega(V)$ ——按本部分第3.2条测得挥发分的百分含量;
 $\omega(A)$ ——按本部分第3.3条测得灰分的百分含量。

3.4.3.2.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.3.3 允许差

测定结果的允许差(见表4)。

表 4

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.60	0.65

3.5 三氧化硫的测定

3.5.1 方法类别

a) 燃烧碘量法(标准法)

测定范围:0.010%~2%。

b) 硫酸钡重量法(标准法)

测定范围:>2%。

3.5.2 燃烧碘量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.12 条进行。称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,在试样上铺盖一层石英砂,试样粒度小于 100 μm 。

3.5.3 硫酸钡重量法

3.5.3.1 方法提要

试料经氢氧化钠、碳酸钠熔融,使硫化物和硫酸盐中的硫转化为可溶性的碱金属硫酸盐,热水浸取,过滤,滤液在盐酸介质中加入氯化钡,使硫酸根生成硫酸钡沉淀,经过滤、洗涤、灼烧、称重,计算三氧化硫的含量。

3.5.3.2 试剂

3.5.3.2.1 氢氧化钠(固体)

3.5.3.2.2 无水碳酸钠(固体)

3.5.3.2.3 乙醇(无水)

3.5.3.2.4 盐酸(1+1)

3.5.3.2.5 碳酸钠溶液(10 g/L)

3.5.3.2.6 氯化钡溶液(100 g/L)

3.5.3.2.7 硝酸银溶液(10 g/L):称取 1 g 硝酸银,溶于水中,加入 5 mL 硝酸(1+1),用水稀释至 100 mL,摇匀后保存于棕色瓶中。

3.5.3.2.8 甲基橙溶液(1 g/L)

3.5.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.5.3.4 试样

3.5.3.4.1 试样粒度小于 100 μm 。

3.5.3.4.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.5.3.5 分析步骤

3.5.3.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于银坩埚中,加 3 g~4 g 氢氧化钠(3.5.3.2.1),混匀,再覆盖 1 g~2 g 碳酸钠(3.5.3.2.2),放入高温炉中,半开炉门,从低温升至 500℃~600℃后关闭炉门,继续升温至 700℃~750℃熔融 30 min~40 min,取出冷却,置于 250 mL 烧杯中,用沸水浸取并洗出坩埚,试液若呈绿色,则加几滴乙醇(3.5.3.2.3),加热煮沸数分钟使熔块充分溶解,用定量快速滤纸过滤,用温热的碳酸钠溶液(3.5.3.2.5)洗涤烧杯 4~5 次、洗涤残渣 7~8 次,弃去残渣。

3.5.3.5.2 在滤液中加 2~3 滴甲基橙溶液(3.5.3.2.8),用盐酸(3.5.3.2.4)中和至试液呈红色并过量 2 mL,加水至 200 mL 左右,加热煮沸 5 min~10 min,在不断搅拌下加入 10 mL~30 mL(视硫含量而定)氯化钡溶液(3.5.3.2.6),继续煮沸 1 min,在电热板上保温 30 min,取下放置 2 h 左右或静置过夜。

3.5.3.5.3 用定量慢速滤纸加少量纸浆过滤,用温水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液

(3.5.3.2.7)检验],将沉淀连同滤纸一并移入已恒重的瓷坩埚中,置于高温炉内,半开炉门,从低温升起进行灰化,待灰化完成后关闭炉门继续升温至 $800^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 左右,取出稍冷(若沉淀显灰黄色或黄绿色而不呈白色,则加几滴硫酸润湿沉淀,在电热板上低温赶尽硫酸,重新灼烧)。放入干燥器中冷却至室温,称重。再在同样温度下反复灼烧,直至恒重。

3.5.3.6 分析结果计算

3.5.3.6.1 三氧化硫的含量以质量分数 $\omega(\text{SO}_3)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(5)计算:

$$\omega(\text{SO}_3) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.3430}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——空坩埚加沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚质量,单位为克(g);

m_s ——试料质量,单位为克(g);

0.343 0——硫酸钡相当于三氧化硫的换算系数。

3.5.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表 5)。

表 5

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

3.6 二氧化碳的测定

3.6.1 方法类别

烧碱石棉吸收重量法(标准法)

测定范围: $>0.50\%$ 。

3.6.2 烧碱石棉吸收重量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.15 条进行。试样粒度小于 $100\ \mu\text{m}$;测定结果的允许差(见表 6)。

表 6

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.45	0.50

3.7 二氧化硅的测定

3.7.1 方法类别

a) 两次盐酸蒸干重量法(标准法)

测定范围: $\geq 5\%$ 。

b) 动物胶凝聚重量法(代用法)

测定范围: $>2\%$ 。

3.7.2 两次盐酸蒸干重量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.2.2 条进行。称取 $1\ \text{g}\sim 3\ \text{g}$ (精确至 $0.0001\ \text{g}$)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 $100\ \mu\text{m}$ 。

分离二氧化硅后的滤液为试液 A,用以铁、铝、钛、钙、镁等的测定。

3.7.3 动物胶凝聚重量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.2.5 条进行。称取 $1\ \text{g}\sim 3\ \text{g}$ (精确至 $0.0001\ \text{g}$)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 $100\ \mu\text{m}$ 。

分离二氧化硅的滤液为试液 B,用以铁、铝、钛、钙、镁等的测定。

3.8 三氧化二铁的测定

3.8.1 方法类别

- a) EDTA 容量法(标准法)
测定范围: $>0.50\%$ 。
- b) 磺基水杨酸分光光度法(标准法)
测定范围: $0.050\% \sim 10\%$ 。

3.8.2 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.2 条进行。分取 25 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)。

滴定铁后的试液为试液 C,可继续留作三氧化二铝的络合滴定。

3.8.3 磺基水杨酸分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.3 条进行。分取 5 mL~25 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)。

3.9 三氧化二铝的测定

3.9.1 方法类别

- a) KF 取代-EDTA 容量法(标准法)
测定范围: $>2\%$ 。
- b) EDTA 容量法(代用法)
测定范围: $2\% \sim 20\%$ 。

3.9.2 KF 取代-EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.2 条进行。分取 25 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)或使用滴定铁后的试液 C(本部分 3.8.2)。

3.9.3 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.4 条进行。使用滴定铁后的试液 C(本部分 3.8.2)。

3.10 二氧化钛的测定

3.10.1 方法类别

- a) 二安替比林甲烷分光光度法(标准法)
测定范围: $0.050\% \sim 7\%$ 。
- b) 过氧化氢分光光度法(代用法)
测定范围: $0.20\% \sim 8\%$ 。

3.10.2 二安替比林甲烷分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.5.2 条进行。分取 10 mL~25 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)。

3.10.3 过氧化氢分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.5.3 条进行。分取 10 mL~20 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)。

3.11 氧化钙、氧化镁的测定

3.11.1 方法类别

- a) EDTA 容量法(标准法)
测定范围:氧化钙 $>0.50\%$ 、氧化镁 $>0.30\%$ 。
- b) 原子吸收分光光度法(标准法)
测定范围:氧化钙 $0.050\% \sim 9\%$ 、氧化镁 $0.0050\% \sim 4\%$ 。

3.11.2 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.6.2 条进行。分取 100 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3)。

3.11.3 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.6.3 条进行。分取 2 mL~10 mL 试液 A(本部分 3.7.2)或试液 B(本部分 3.7.3);称取约 0.3 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 100 μm 。

3.12 氧化钾、氧化钠的测定

3.12.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:氧化钾 0.005 0%~8%、氧化钠 0.005 0%~5%。

3.12.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.7.2 条进行。称取 0.3 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 100 μm 。

3.13 氧化锰的测定

3.13.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:0.005 0%~5%。

3.13.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.8.2 条进行。称取 0.3 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 100 μm 。

3.14 五氧化二磷的测定

3.14.1 方法类别

磷钒钼黄分光光度法(标准法)

测定范围:0.005 0%~2%。

3.14.2 磷钒钼黄分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.10 条进行。称取 1 g~3 g(精确至 0.000 1 g)试样经高温灼烧除尽碳,试样粒度小于 100 μm 。

淮安市图书馆

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
非金属矿物和岩石化学分析方法
第 5 部分 石墨矿化学分析方法

JC/T 1021.5—2007

*

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
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2007 年 9 月第一版 2007 年 9 月第一次印刷
印数 1—500 定价 12.00 元
书号:1580227·082

*

编号:0439