ICS 73.080
CCS Q 51

中华人民共和国国家标准

GB/T 3519—2023
代替 GB/T 3519—2008

微　晶　石　墨

Cryptocrystalline graphite

2023-11-27 发布　　2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　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。

本文件代替 GB/T 3519—2008《微晶石墨》，与 GB/T 3519—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了“范围”（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；

b) 增加了规范性引用文件 GB/T 19077（见 6.3）、GB/T 6682（见 6.4.2.1）、GB/T 8170（见 6.4.6）、JC/T 2571（见 6.5）、GB/T 6679（见 7.3.1）；

c) 更改了术语“微晶石墨”的定义，增加了“石墨化度”的术语和定义（见第 3 章，2008 年版的第 3 章）；

d) 更改了“分类与标记”（见第 4 章，2008 年版的第 4 章）；

e) 更改了“要求”（见第 5 章，2008 年版的第 5 章）；

f) 更改了“试验方法”（见第 6 章，2008 年版的第 6 章）；

g) 更改了“检验规则”（见第 7 章，2008 年版的第 7 章）；

h) 更改了“包装、标志、运输和贮存”（见第 8 章，2008 年版的第 8 章）。

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：湖南顶立科技股份有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、矿冶科技集团有限公司、南方石墨有限公司、扎鲁特旗华源矿业有限责任公司、上饶市聚微星科技有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、湖南亿润新材料科技有限公司、河北正大摩擦制动材料有限公司、中国建筑材料工业地质勘查中心、陕西科技大学、苏州铭盛帆科技有限公司。

本文件主要起草人：戴煜、周智勇、谢情茂、张红林、申士富、侯彩红、燕晋峰、应忠、李慧、郭宏伟、王彦钧、胡祥龙、莫国军、李建新、刘玉飞、柴辉、田仲奎、申让林、肖乐、陈玉婷、彭国文。

本文件于 1983 年首次发布，1995 年第一次修订，2008 年第二次修订，本次为第三次修订。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

微 晶 石 墨

1 范围

本文件规定了微晶石墨的分类与标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于天然微晶石墨原矿及微晶石墨产品。

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 3520 石墨细度试验方法

GB/T 3521 石墨化学分析方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法

JC/T 2571 高纯石墨中微量元素测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

微晶石墨 cryptocrystalline graphite

由粒径小于 1 μm 的天然石墨晶体构成的集合体。

注：微晶石墨亦称土状石墨、无定形石墨或隐晶质石墨，颜色灰黑或钢灰，有金属光泽、具滑感、易染手，通常石墨化度大于 55.0%。

3.2

石墨化度 graphitization degree

衡量石墨晶体结构完善程度，表示石墨结构中碳原子排列的规整程度的指标。

4 分类与标记

4.1 分类

微晶石墨按加工过程分为微晶石墨矿产品及微晶石墨产品。微晶石墨产品按固定碳含量分为高纯微晶石墨、高碳微晶石墨、中碳微晶石墨、低碳微晶石墨四类。其固定碳含量和分类代号见表 1。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 1　固定碳含量和分类代号

名称	微晶石墨矿产品	微晶石墨产品			
		高纯微晶石墨	高碳微晶石墨	中碳微晶石墨	低碳微晶石墨
固定碳含量（质量分数）	≥55.00%	≥99.90%	>95.00%	80.00%～95.00%	65.00%～<80.00%
分类代号	WK	WC	WG	WZ	WD

4.2　标记

微晶石墨矿产品或微晶石墨产品标记由产品名称、本文件编号、分类代号和固定碳含量组成。

示例 1：固定碳含量为 99.90%的高纯微晶石墨，标记为：微晶石墨 GB/T 3519-WC99.90。

示例 2：固定碳含量为 93.00%的中碳微晶石墨，标记为：微晶石墨 GB/T 3519-WZ93.00。

示例 3：固定碳含量为 55.00%的微晶石墨矿产品，标记为：微晶石墨 GB/T 3519-WK55.00。

5　技术要求

5.1　外观质量

微晶石墨中不应有肉眼可见的木屑、铁屑、石粒等杂物，无污染。

5.2　理化性能

5.2.1　微晶石墨矿产品理化性能应符合表 2 的规定。

表 2　微晶石墨矿产品理化性能

项目	WK
固定碳含量（质量分数）	≥55.00%
水分	供需双方协商
石墨化度	≥55.0%
硫含量（质量分数）	≤1.50%
细度	供需双方协商

5.2.2　微晶石墨产品理化性能应符合表 3 的规定。

表 3　微晶石墨产品理化性能

项目	WC	WG	WZ	WD
固定碳含量（质量分数）	≥99.90%	>95.00%	80.00%～95.00%	65.00%～<80.00%
挥发分	—	≤1.00%	≤2.50%	≤3.50%
水分	≤0.20%	≤0.20%	≤1.00%	≤1.50%
石墨化度	≥85.0%	≥75.0%	≥65.0%	≥55.0%
铁含量（质量分数）	≤0.005%	≤0.40%	≤0.80%	≤1.00%

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 3　微晶石墨产品理化性能（续）

项目	WC	WG	WZ	WD
硫含量(质量分数)	≤0.005%	≤0.05%	≤0.10%	≤1.00%
细度	供需双方协商			
微量元素	供需双方协商	—		

6　试验方法

6.1　外观

自然光照下，采用目视检查。

6.2　固定碳含量、挥发分、水分、铁含量、硫含量

微晶石墨固定碳含量、挥发分、水分、铁含量、硫含量的测定按 GB/T 3521 的规定进行。

6.3　细度

微晶石墨细度大于 45 μm 的细度测定按 GB/T 3520 的规定进行，细度小于或等于 45 μm 的细度测定按 GB/T 19077 的规定进行。

6.4　石墨化度

6.4.1　方法提要

石墨化度是评价石墨晶体结构完善程度的重要物理量，通常以晶面间距[$d_{(002)}$]作为评价石墨化度的指标。本方法采用氢氟酸对试样进行处理，去除样品中二氧化硅等杂质，通过对添加单晶硅内标物的微晶石墨样品 X 射线衍射图的分析处理，精确检测其晶面间距[$d_{(002)}$]，经计算得到石墨化度(G)值。

6.4.2　试剂及材料

6.4.2.1　除非另有说明，所用试剂应不低于分析纯，所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水。

6.4.2.2　氢氟酸溶液(1＋3)。

6.4.2.3　单晶硅粉：光谱纯，全部通过 75 μm 标准筛。

6.4.3　仪器和设备

6.4.3.1　X 射线衍射仪：$CuKa$ 靶，综合稳定度优于 1%，测角仪在 20°～30°(2θ)的准确度优于±0.01°(2θ)，能以不大于 1°/min(步长≤0.02°)的速度进行扫描。

6.4.3.2　标准筛：筛孔直径 75 μm。

6.4.3.3　电热干燥箱：室温至 200 ℃，控温精度±2 ℃。

6.4.3.4　电热板：室温至 200 ℃，控温精度±2 ℃。

6.4.3.5　电子天平：精度不低于 0.000 1 g。

6.4.3.6　真空抽滤装置：真空度不小于 0.1 MPa。

6.4.3.7　聚四氟乙烯烧杯：250 mL。

6.4.3.8　玛瑙研钵：体表光滑、无明显划痕。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

6.4.3.9 定量滤纸:快速,直径 125 mm、150 mm。

6.4.3.10 精密 pH 试纸。

6.4.3.11 聚四氟乙烯棒。

6.4.4 试样制备

6.4.4.1 将约 100 g 试样粉碎至全部通过 75 μm 标准筛(6.4.3.2)。

6.4.4.2 称取约 10 g 试样,倒入聚四氟乙烯烧杯(6.4.3.7)中,烧杯中加入约 60 mL 氢氟酸溶液(6.4.2.2),将烧杯置于电热板(6.4.3.4)上,100 ℃加热 30 min,期间每隔 5 min 用聚四氟乙烯棒(6.4.3.11)搅拌,结束后取下烧杯,用定量滤纸(6.4.3.9)在真空抽滤装置(6.4.3.6)中快速过滤,滤渣用水反复冲洗至接近中性,以上操作应在通风柜内进行。

6.4.4.3 将滤渣置于电热干燥箱(6.4.3.3)内于 110 ℃ ±5 ℃干燥至恒重,取出冷却,用玛瑙研钵(6.4.3.8)充分研碎,备用。

6.4.4.4 按适宜比例(确保试样及单晶硅粉的衍射峰强比在 1.0～1.3 之间)称取试样和单晶硅粉(6.4.2.3),在玛瑙研钵中混合均匀,制成衍射试样,取适量衍射试样置于试样板凹槽中,再用玻璃板压实刮平。

6.4.5 试验步骤

6.4.5.1 启动 X 射线衍射仪。

6.4.5.2 将压有衍射试样的试样板平稳放到测角仪的试验台上,抬升试验台至测试位置,关好防辐射窗门。

6.4.5.3 启动衍射测试程序,在 20°～30°试样(002)晶面衍射峰的角度值(2θ)的范围内以步长小于或等于 0.02°,小于或等于 1°/min 的速度进行扫描,得到衍射图样。

6.4.5.4 重复 6.4.4.4、6.4.5.2、6.4.5.3 操作一次。

6.4.5.5 采用弦中法(亦称半高宽法)分析衍射图。确定经修正的 2θ,精确至 0.001°。

6.4.6 结果计算

6.4.6.1 半角值(θ)按公式(1)计算:

$$\theta=\frac{28.442-2\theta_{si}+2\theta_{g}}{2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

θ ——试样(002)晶面校正后的半角值,单位为度(°);

28.442 ——单晶硅粉(111)晶面的标准 2θ 角度值,单位为度(°);

$2\theta_{si}$ ——单晶硅粉(111)晶面的实测 2θ 角度值,单位为度(°);

$2\theta_{g}$ ——试样(002)晶面的实测 2θ 角度值,单位为度(°)。

计算结果按 GB/T 8170 修约至小数点后三位。

6.4.6.2 晶面间距[$d_{(002)}$]按公式(2)计算:

$$d_{(002)}=\frac{\lambda}{2\sin\theta} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:

$d_{(002)}$ ——试样(002)晶面间距,单位为纳米(nm);

λ ——X 射线波长,单位为纳米(nm);

θ ——试样(002)晶面校正后的半角值,单位为度(°)。

计算结果按 GB/T 8170 修约至小数点后五位。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

6.4.6.3 石墨化度(G)按公式(3)计算：

$$G=\frac{0.344\ 0-d_{(002)}}{0.344\ 0-0.335\ 4}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

G ——试样的石墨化度；

$d_{(002)}$ ——试样(002)晶面间距，单位为纳米（nm）；

0.344 0——完全未石墨化乱层结构晶面间距值，单位为纳米（nm）；

0.335 4——理想石墨(002)晶面间距值，单位为纳米（nm）。

计算结果按 GB/T 8170 修约至小数点后一位。

6.4.6.4 石墨化度测定结果为 2 次平行测定数据的算术平均值，按 GB/T 8170 修约至小数点后一位。2 次平行测定结果的绝对偏差应不大于 2.0%，否则应重新测定。

6.5 微量元素

微晶石墨微量元素的测定按 JC/T 2571 的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

微晶石墨矿产品出厂检验项目包括固定碳含量、水分、石墨化度、硫含量、细度；微晶石墨产品出厂检验项目包括固定碳含量、挥发分、水分、石墨化度、铁含量、硫含量、细度、微量元素。

7.1.2 型式检验

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目。有下列情况之一，应进行型式检验：

a) 新产品投产或产品定型鉴定时；

b) 正常生产时，每年进行一次；

c) 原材料、生产工艺、设备等发生较大变化，可能影响产品质量时；

d) 停产一年以上，重新恢复生产时；

e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

7.2 组批原则

同一原料、同一生产工艺、同一类别、稳定连续生产的微晶石墨产品或矿产品，以 60 t 为一批，不足 60 t 仍按一批计。

7.3 采样及制样

7.3.1 采样

微晶石墨采取样品按 GB/T 6679 的规定进行。

7.3.2 制样

将采取样品倒在一个有足够强度和适当大小的正方形塑料薄膜或牢固柔软的纸(或洁净的布)上，用翻滚法反复混匀(翻滚 15 次以上)。用四分法缩取 500 g 试样，再分成 2 份，一份试验样，一份备用样。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

7.4 判定规则

7.4.1 产品各项特性指标符合第5章要求时，判定该批产品合格。

7.4.2 产品某一项指标不符合第5章要求时，应加倍抽样复验不合格项，若复验结果符合第5章要求，仍判定该批产品合格；若复验结果任何一项不符合第5章要求时，则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

微晶石墨外包装上应标明产品名称、产品标记、净含量、生产单位名称和地址、防雨防潮标识。

每袋微晶石墨产品应附有产品合格证。产品合格证应包括产品标记、产品批号、检验日期、检验结论、生产单位名称和地址，并加盖生产单位检验部门检验章及检验人员印记。

8.2 包装

微晶石墨采用塑料袋、内覆膜的纸袋或吨袋包装。塑料袋、内覆膜的纸袋包装，每袋净含量25 kg±0.2 kg，吨袋包装每袋净含量1 000 kg±3.0 kg。特殊包装由供需双方协商确定。

8.3 运输

产品运输应备有防雨、防潮、防破损、防污染设施。

8.4 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥处，应备有防雨、防潮、防破损、防污染设施。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

粉体圈 www.360powder.com 标准下载