

附表 2

行业标准项目建议书

建议项目名称 (中文)	石墨中卤素含量的测定 离子色谱法			建议项目名称 (英文)	The determination of halogen content in graphite—Ion chromatography
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定	<input type="checkbox"/> 修订		被修订标准号	无
采用程度	<input type="checkbox"/> IDT	<input type="checkbox"/> MOD	<input type="checkbox"/> NEQ	采标号	无
国际标准名称 (中文)	无			国际标准名称 (英文)	无
采用快速程序	<input type="checkbox"/> FTP			快速程序代码	<input type="checkbox"/> B <input type="checkbox"/> C
ICS 分类号	73.080			中国标准分类号	Q 69
牵头单位	郴州市产商品质量监督检验所			体系编号	1-11.3.1
参与单位	咸阳非金属矿研究设计院有限公司、武汉理工大学、中石化(大连)石油化工研究院有限公司、中建材石墨新材料有限公司			计划起止时间	2025 年 8 月~2026 年 8 月
目的、意义或必要性	<p>石墨是一种重要的战略资源，由于其具有优异的导电、导热、耐高温、耐化学腐蚀、润滑、抗地震等优异性能，广泛应用于冶金、机械、电气、化工、能源、国防、航空航天等工业部门，是国民经济发展不可或缺的基础材料。光伏、第三代半导体、电子信息、核工业等领域对石墨材料的纯度有很高要求（通常灰分含量$\leq 5\text{ppm}$），这些高纯石墨的生产基本都要使用氢氟酸、氯气、氟利昂等卤素试剂。</p> <p>卤素是一类具有高反应性的元素，包括氟、氯、溴、碘。其中在在锂离子电池领域：对氟元素限量要求为$\leq 0.001\%$，氯元素限量要求为$\leq 0.003\%$，溴元素限量要求为$\leq 0.001\%$。在核电领域：（1）卤素含量对核电设备的金属材料产生腐蚀和损伤，使设备机械性能和工作效率降低；（2）影响核反应过程的稳定性和效率。在半导体领域：卤素元素具有高电负性，容易与半导体材料中的元素发生化学反应，导致其结构上发生变化，从而影响导电性和电热性。</p> <p>目前国内外生产高纯石墨的通常做法是根据石墨耐高温且不与卤素反应而杂质能被卤化成低沸点的卤化物而挥发除掉的原理，把石墨制品放入高温炉中于 2200℃ 左右通入卤素气体进行提纯。石墨虽然不与卤素反应，但石墨是一种多孔材料，如果纯化后清洗不彻底的话，纯化制品的孔隙中会吸附残存一定的卤素。残存卤素含量的高低直接影响到石墨的后期应用领域，如锂离子电池石墨负极材料、核石墨等对卤素含量都有严格的限量要求。因此，准确测定石墨材料中的卤素含量具有重要的现实意义。</p> <p>目前，国内外无石墨中卤素含量测定标准，无法为相关产业提供科学的检测技术支撑，不利于我国石墨产业发展。因此，研究制定石墨材料卤素含量测试方法标准，对于创建自主知识产权的技术标准，开发我国石墨产业发展急需的检测技术具有重要的理论和现实意义。</p> <p>通过广泛征求生产企业和用户的意见，一致希望能够尽早起草该行业标准，规范石墨材料卤素含量的试验方法，促进石墨高附加值产品的生产与市场贸易，推动石墨在不同领域的发展，填补国内该领域方法标准空白具有重要的作用。本标准符合六大产业链中 1. 集成电路产业链上游层级材料类（半导体集成电路硅衬底及外延、宽禁带半导体材料及外延）；2. 新</p>				

	能源和智能网联汽车产业链上游层级原材料类（电池原材料）。
范围和主要技术内容	<p>1. 适用范围</p> <p>本文件规定了离子色谱法测定石墨中氟、氯、溴、碘含量的方法提要、试剂和材料、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氟、氯、溴、碘的测定。</p> <p>2. 方法提要</p> <p>试样在密闭的系统内燃烧，含氟、氯、溴、碘的化合物转化为能被溶液吸收的氟化物、氯化物、溴化物、碘化物。吸收后的溶液用离子色谱仪进行测定，外标法定量。</p> <p>3. 试剂及材料</p> <p>纯水、吸收液、氢氧化钾淋洗液、氧气、氟离子、氯离子、溴离子、碘离子标准储备液（1000 mg/L）、标准工作溶液、水性滤膜针头过滤器、定性滤纸。</p> <p>4. 仪器设备</p> <p>离子色谱仪、电子天平、燃烧装置等。</p> <p>5. 样品制备</p> <p>6. 试验步骤</p> <p>试验液的制备、离子色谱仪试验条件、标准工作曲线绘制、样品测定。</p> <p>7. 结果计算</p> <p>8. 精密度</p>
国内外情况简要说明	<p>1. <u>国内外对该技术研究情况简要说明：</u></p> <p>目前，国际上关于卤素含量的测定方法主要包括滴定法、离子色谱法、光谱分析法、微库仑法、X 射线荧光光谱法等。常见的滴定法包括莫尔法、电位滴定法等，虽然这种方法操作简便，成本相对较低，但精度受多种因素的影响，相关测试标准针对的是液体或可溶可消解的材料，且卤素含量相对较高。光谱分析法适用于复杂基质中卤素的准确测定，但设备成本较高，操作复杂。X 射线荧光光谱法该方法检测速度快，操作简便，对操作人员无特殊要求，但误差相对较高，适用于工厂内部快速筛查或初步评估。微库仑法适用于可吸附有机卤素的检测，操作复杂但精度高。上述测试方法中，离子色谱法测试精度和效率均较高，技术稳定，是低含量卤素测定的优选方法。然而石墨材料化学性质稳定，不溶于水和任何溶剂，现有其他领域相关方法不能直接借鉴用于石墨材料卤素含量的测定。我国石墨中氯元素测定主要为分光光度法、石墨的主要化学元素组成是碳，碳可燃烧，据此特点，可将石墨样品在充有过量高纯氧气的密闭系统中完全燃烧，释放的气体中含有的卤素气体用特定溶液吸收，采用离子色谱外标法测定吸收液中的卤素含量，从而可精确测定出石墨材料中的卤素含量。</p> <p>2. <u>项目与国际标准或国外先进标准采用程度的考虑：</u></p> <p>经查询，国际国外尚无相关规范标准。</p> <p>3. <u>与国内相关标准间的关系：</u></p> <p>我国现有 YB/T 5190-2007《高纯石墨材料氯含量的分光光度测定方法》，JB/T 7758.4-2008《柔性石墨板 柔性石墨板 氯含量测定方法》，JB/T 7758.1-2008《柔性石墨板 氟含量测定方法》3 个石墨制品相关测试方法标准，3 项测试方法标准都是针对石墨制品，本标准针对石墨，除了测试对象不同外，测试方法也完全不同。本标准是对相关国家标准、行业标准及地方标准的补充与协调。</p> <p>4. <u>指出是否发现有知识产权的问题：</u></p> <p>经查询，该项目未发现有知识产权问题。</p>

牵头单位	(签字、盖公章) 月 日	标准化技 术组织	(签字、盖公章) 月 日	部委托机构	(签字、盖公章) 月 日
------	-----------------	-------------	-----------------	-------	-----------------

注：1.填写制定或修订项目中，若选择修订必须填写被修订标准号；

2.选择采用国际标准，必须填写采标号及采用程度；

3.选择采用快速程序，必须填写快速程序代码。