



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33920—2025

代替 GB/T 33920—2017

## 柔性石墨板 试验方法

Test method for flexible graphite sheets

2025-03-28 发布

2025-10-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布



## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 样品及其制备 .....	1
5 灰分的试验方法 .....	2
6 固定碳含量的试验方法 .....	3
7 热失重的试验方法 .....	4
8 硫含量的试验方法 .....	5
9 氯含量的测定 .....	8
10 氟含量的试验方法 .....	13
11 耐辐照试验方法 .....	15
12 碳、硫元素试验方法——燃烧红外法 .....	17
13 试验报告 .....	18



## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化文件导则 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 33920—2017，与 GB/T 33920—2017 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了 670 °C 热失重的试验方法(见 7.3.3)；
- 增加了氯离子试验方法 B(见 9.2)；
- 增加了柔性石墨板耐辐照试验方法(见第 11 章)；
- 增加了碳、硫元素试验方法——燃烧红外法(见第 12 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。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国填料与静密封标准化技术委员会(SAC/TC 350)归口。

本文件起草单位：宁波信远炭材料有限公司、滨州双峰石墨密封材料有限公司、合肥通用机械研究院有限公司、浙江国泰萧星密封材料股份有限公司、宁波天生密封件有限公司、慈溪市恒立密封材料有限公司、慈溪市高新密封材料有限公司、宁波新艺密封件有限公司、广州市东山南方密封件有限公司、宁波艾拓密封技术有限公司、无锡市锡西化机配件有限公司、上海新炼特种密封件有限公司、岳阳市洞庭密封材料有限公司、洛阳能源密封件有限公司、广西鑫晨特种设备检测有限公司、合肥通用机电产品检测院有限公司。

本文件主要起草人：袁奕琳、李寿海、陆可为、吴益民、励行根、徐绍焕、龚旭远、宋国胄、吴凯珺、叶建平、惠福明、陈继忠、夏玉友、郝小领、熊运华、何松。

本文件于 2017 年首次发布，本次为第一次修订。



## 柔性石墨板 试验方法

**警告**——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

### 1 范围

本文件规定了柔性石墨板灰分、固定碳含量、热失重、硫含量、氯含量、氟含量和耐辐照试验的试验设备、试样要求、试验步骤和试验结果的计算。

本文件适用于柔性石墨板的灰分、固定碳含量、热失重、硫含量、氯含量和氟含量的测定,及耐辐照性能的测试,硫含量的测定范围为  $50 \mu\text{g/g} \sim 10\,000 \mu\text{g/g}$ ,氯含量的测定范围为  $1 \mu\text{g/g} \sim 500 \mu\text{g/g}$ ,氟含量的测定范围为  $1 \mu\text{g/g} \sim 1\,000 \mu\text{g/g}$ 。

### 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 26168.2 电气绝缘材料 确定电离辐射的影响 第2部分:辐照和试验程序

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 样品及其制备

4.1 待测样品表面应清洁,无灰尘及油污。

4.2 取检验项目检验足够用量的样品,沿样品对角线方向等距取三块大小相同的方形试样,用四分法均分成两份,一份作为试样,另一份作为保留样。用于  $670 \text{ }^\circ\text{C}$  的样品,需保证样品不小于  $50 \text{ mm} \times 150 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ 。

4.3 将除用于  $670 \text{ }^\circ\text{C}$  热失重试验外的样品用不锈钢剪刀剪成碎片(长宽均不大于  $3 \text{ mm}$ )。用于  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  和  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  热失重测定的样品,剪碎后过孔径为  $0.56 \text{ mm}$  的筛,去掉筛下物。用于  $670 \text{ }^\circ\text{C}$  热失重测定的样品,用不锈钢剪刀剪成  $50 \text{ mm} \times 150 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$  的条形。

4.4 将制备好的样品在  $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥  $1 \text{ h}$ ,放入干燥器内冷却至室温后备用。

4.5 用于耐辐照试验(第11章)的样品,应在确保安全的前提下,截取  $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$  的正方形样品,每组样品不应少于5个,样品厚度应不小于  $1.6 \text{ mm}$ ;若单层厚度不符合要求,可多层叠加至厚度不小于  $1.6 \text{ mm}$ 。

5 灰分的试验方法

5.1 原理

将干燥试样在规定温度下灼烧至恒重,其残余质量与试样质量的比率即为灰分。

5.2 仪器设备

5.2.1 箱式电阻炉。

5.2.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。

5.2.3 干燥器。

5.2.4 瓷舟。

5.3 试验步骤

5.3.1 称取 1.0 g~1.2 g 样品,精确至 0.2 mg,平铺于预先在 800 °C 灼烧至恒重的瓷舟中,将瓷舟置入 800 °C~850 °C 的箱式电阻炉内,关闭炉门(不宜关严),灼烧至无黑色斑点为止。

5.3.2 将瓷舟从炉内取出,冷却 5 min~10 min,移入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。

5.3.3 将瓷舟再次置入箱式电阻炉中,继续灼烧 30 min,重复 5.3.2 的步骤。如此重复进行,直至连续两次称量值的差小于 0.5 mg 为止,用最后一次称量值进行计算。

5.4 试验结果和计算

5.4.1 灰分按式(1)计算:

$$w_a = \frac{m_1 - m}{m_0 - m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w_a$  ——灰分;

$m_1$  ——灼烧后样品与瓷舟的总质量,单位为克(g);

$m$  ——瓷舟质量,单位为克(g);

$m_0$  ——灼烧前样品与瓷舟的总质量,单位为克(g)。

5.4.2 试验结果取两个平行测定值的算术平均值,保留三位有效数字。

5.5 允许误差

平行试验的允许误差不应超过表 1 的规定,否则应重新试验。

表 1

灰分/%	允许误差/%
$w_a \leq 0.5$	0.05
$0.5 < w_a \leq 1$	0.10
$w_a \geq 1$	0.20

## 6 固定碳含量的试验方法

### 6.1 原理

分别测定样品的灰分 and 规定温度、规定时间的挥发分,用差减法计算出固定碳含量。

### 6.2 灰分的试验方法

灰分按第 5 章测定。

### 6.3 挥发分的试验方法

#### 6.3.1 仪器和设备

6.3.1.1 箱式电阻炉。

6.3.1.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。

6.3.1.3 双盖瓷坩埚。

6.3.1.4 坩埚架。

6.3.1.5 干燥器。

#### 6.3.2 试验步骤

称取 1 g~1.2 g 样品,精确至 0.2 mg,平铺于预先在 800 °C 灼烧至恒重的双盖瓷坩埚中,盖上坩埚。将坩埚置于坩埚架上,迅速送入(400±10)°C 箱式电阻炉中。当坩埚架接触炉膛时,开始计时,同时关严炉门。灼烧 10 min,取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。样品放入炉中后,在 3 min 内炉温应升至规定温度,否则试验无效。

#### 6.3.3 挥发分的计算

6.3.3.1 挥发分按式(2)计算:

$$w_v = \frac{m_0 - m_1}{m_0 - m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_v$  ——挥发分;

$m_0$  ——灼烧前样品与瓷舟的总质量,单位为克(g);

$m_1$  ——灼烧后样品与瓷舟的总质量,单位为克(g);

$m$  ——瓷舟质量,单位为克(g)。

6.3.3.2 试验结果取两个平行测定值的算术平均值,保留三位有效数字。

6.3.3.3 平行试验的允许误差不应超过表 2 的规定,否则应重新试验。

表 2

挥发分/%	允许误差/%
$w_v \leq 0.5$	0.05
$w_v > 0.5$	0.10

6.4 固定碳含量的计算

6.4.1 固定碳含量按式(3)计算:

$$w_c = 100\% - (w_v + w_a) \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$w_c$  —— 固定碳含量;

$w_v$  —— 挥发分;

$w_a$  —— 灰分。

6.4.2 固定碳含量取三位有效数字。

7 热失重的试验方法

7.1 试验原理

将干燥后的试样在规定温度下灼烧规定时间,失去的质量与样品原质量的比率即为热失重。

7.2 仪器和设备

7.2.1 箱式电阻炉。

7.2.2 瓷舟。

7.2.3 分析天平:分度值为 0.1 mg。

7.2.4 干燥器。

7.3 试验步骤

7.3.1 450 °C 热失重试验步骤

称取 1 g~1.2 g 样品,精确到 0.2 mg,平铺于预先在 800 °C 灼烧至恒重的瓷舟中,将瓷舟置入 (450±10)°C 的箱式电阻炉中,关闭炉门灼烧 1 h,取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。

7.3.2 600 °C 热失重试验步骤

除试验温度改为(600±10)°C外,试验步骤和 7.3.1 相同。

7.3.3 670 °C 热失重试验步骤

取按 4.3~4.4 制取好的样品 1 片,称量,精确到 0.2 mg,按 7.3.1 的步骤,将试验温度改为(670±10)°C,灼烧时间改为 4 h,取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 m。

7.4 试验数据处理

7.4.1 热失重按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{(m_0 - m_1)}{(m_0 - m)} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$w_1$  —— 热失重;

$m_0$  —— 灼烧前样品与瓷舟的总质量,单位为克(g);

$m_1$  —— 灼烧后样品与瓷舟的总质量,单位为克(g);

$m$  ——瓷舟质量,单位为克(g)。

7.4.2 450 °C 热失重需进行一组三个平行测定,600 °C 和 670 °C 热失重需进行两组三个平行测定,试验结果分别取其算术平均值,保留三位有效数字。

7.4.3 670 °C 热失重的结果需按照有关标准或验收规定,根据式(4)得出的结果为灼烧时总热失重,如需每小时平均热失重的值,则将热失重除以试验时间即可得出每小时热失重的平均值,并应在试验条件及报告中注明。

## 7.5 允许误差

平行试验的允许误差不应超过表 3 的规定,否则应重新测定。

表 3

试验温度/°C		中间值与另外两个测定值之间的允许误差/%	两组平均值的允许误差/%
450		0.05	—
600	同组	2	—
	不同组	—	5
670	同组	5	—
	不同组	—	10

## 8 硫含量的试验方法

### 8.1 试验原理

试样在 1 200 °C ~ 1 250 °C 氧化气氛中燃烧,使各种形态的硫被氧化成硫的氧化物,捕集于过氧化氢吸收液中,生成硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。根据滴定溶液的消耗量,计算试样中的全硫含量。其主要反应式为:



### 8.2 试剂和材料

8.2.1 除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子蒸馏水。

8.2.2 硫标样:采用含硫 1% 以下的焦炭标样(尽量与待测样品硫含量接近)。

8.2.3 硫酸溶液(0.05+100):将 0.05 体积硫酸加入 100 体积水中混匀。

8.2.4 过氧化氢吸收液:于 100 mL 水中加入过氧化氢(30%)1 mL,加甲基红-次甲基蓝混合指示剂(8.2.6)5 滴~10 滴,用硫酸溶液(8.2.3)调至溶液呈红紫色。

8.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液  $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ :称取 0.40 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配制的氢氧化钡饱和溶液,搅拌、静置,滤去沉淀后装入密闭聚乙烯瓶中。

8.2.6 甲基红-次甲基蓝混合指示剂(2+1):将 2 体积 0.1% 甲基红乙醇溶液和 1 体积 0.1% 次甲基蓝乙醇溶液混合。

8.2.7 硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )。

8.2.8 氢氧化钾溶液(40%)。

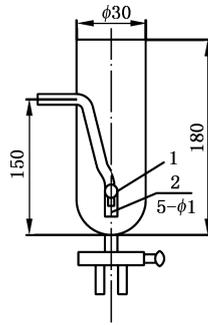
8.2.9 氧气:纯度大于 99.5%。

8.3 仪器和设备

- 8.3.1 管式电阻炉。
- 8.3.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。
- 8.3.3 干燥器。
- 8.3.4 坩埚。
- 8.3.5 不锈钢剪刀。
- 8.3.6 石英管(或瓷管)。
- 8.3.7 石英舟(或瓷舟)。
- 8.3.8 碱式滴定管。
- 8.3.9 定硫吸收瓶(见图 1)。
- 8.3.10 电热恒温干燥箱。



单位为毫米



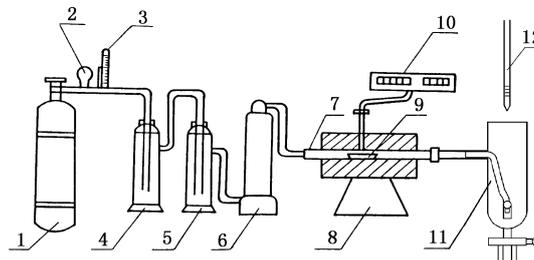
标引序号说明:

- 1——浮子(经磨砂不漏水);
- 2——喷孔(向下)。

图 1 定硫吸收瓶

8.4 试验步骤

8.4.1 按图 2 安装试验装置。



标引序号说明:

- |                   |                |
|-------------------|----------------|
| 1 —— 氧气瓶;         | 7 —— 石英管(或瓷管); |
| 2 —— 氧气压力表;       | 8 —— 管式电阻炉;    |
| 3 —— 流量计;         | 9 —— 石英舟(或瓷舟); |
| 4 —— 40%氢氧化钾洗气瓶;  | 10 —— 温度控制装置;  |
| 5 —— 硫酸洗气瓶;       | 11 —— 定硫吸收瓶;   |
| 6 —— 干燥塔(内装变色硅胶); | 12 —— 碱式滴定管。   |

图 2 硫含量测定试验装置

- 8.4.2 接通电源,调节温度控制器,使炉温升至 1 200 °C~1 250 °C,打开氧气瓶阀,检查装置气密性。
- 8.4.3 于定硫吸收瓶中加入 80 mL~100 mL 过氧化氢吸收液(8.2.4),以 700 mL/min~900 mL/min 的流量通氧气(8.2.9)5 min。
- 8.4.4 向定硫吸收瓶中滴加氢氧化钠标准滴定溶液(8.2.5),使吸收液呈亮绿色。
- 8.4.5 称取 0.5 g~1.0 g 干燥后的试样(视硫含量高低而定),精确至 0.2 mg,放入预先在 1 200 °C~1 250 °C 灼烧过的石英舟(或瓷舟)中,用镍铬丝钩将舟推入瓷管中心高温部位,迅速塞紧橡胶塞(特别注意密封)。以 700 mL/min~900 mL/min 的流量通氧燃烧 12 min~15 min 后,用氢氧化钠标准滴定溶液(8.2.5)滴定吸收液由红紫色变为亮绿色为止。停止通氧,记录氢氧化钠标准滴定溶液消耗量。
- 8.4.6 称取 0.2 g~1.0 g 硫标样(8.2.2)(视标样的含硫量确定),精确至 0.2 mg,按 8.4.3~8.4.5 的步骤操作。
- 8.4.7 用一个预先在 1 200 °C~1 250 °C 灼烧过的空石英舟(或瓷舟),按 8.4.3~8.4.5 的步骤进行空白试验。

## 8.5 试验结果与计算

### 8.5.1 氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度按式(5)计算:

$$T = \frac{m_1 S_0}{(V_1 - V_0) \times 100} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $T$  ——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);
- $m_1$  ——硫标样的质量,单位为克(g);
- $S_0$  ——硫标样的硫含量,%;
- $V_1$  ——滴定硫标样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$  ——滴定空白试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

取两个平行测定值的算术平均值为本试验中氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度。

### 8.5.2 硫含量按式(6)计算:

$$W_s = \frac{(V_2 - V_0) T}{m_2} \times 10^6 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $W_s$  ——试样中全硫含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $V_2$  ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$  ——滴定空白试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $T$  ——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);
- $m_2$  ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至整数位。

### 8.5.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

## 8.6 精密度(用绝对项表示)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 4 规定,否则应重新测定。

表 4

单位为微克每克

硫含量	精密度
≤200	50
>200~1 000	90
>1 000~5 000	200
>5 000	500

## 9 氯含量的测定

### 9.1 方法 A——燃烧-硫氰酸汞分光光度法

#### 9.1.1 原理

将试样灰化除炭,氯化物经高温分解成氯化氢气体,捕集于过氧化氢吸收液中,氯离子与硫氰酸汞反应生成氯化汞并游离出等量的硫氰酸根,后者与铁离子生成红色络合物,以分光光度法测定试样中的氯含量。

#### 9.1.2 试剂和材料

9.1.2.1 除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子蒸馏水。

9.1.2.2 过氧化氢(10%)。

9.1.2.3 氢氧化钠(优级纯)溶液(4%)。

9.1.2.4 硝酸铁[Fe(NO)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O]溶液(30%):

称取 150 g 硝酸铁于 500 mL 烧杯中,加入少量水和 280 mL 浓硝酸,溶解后稀释至 500 mL,贮存于棕色玻璃试剂瓶中。

9.1.2.5 硫氰酸汞溶液(0.5%):

称取 0.5 g 硫氰酸汞于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 甲醇,溶解后过滤于棕色玻璃试剂瓶中,有效期为 1 个月。

#### 9.1.2.6 氯标准溶液

9.1.2.6.1 称取 0.2103 g 氯化钾(光谱纯)置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液氯含量为 100 μg/mL。

9.1.2.6.2 移取 10 mL 氯标准溶液(9.1.2.6.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液氯容量为 10 μg/mL。

9.1.2.7 硫酸(ρ=1.84 g/mL)。

9.1.2.8 氢氧化钾溶液(40%)。

9.1.2.9 氧气:纯度大于 99.5%。

#### 9.1.3 仪器和设备

9.1.3.1 管式电阻炉。

9.1.3.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。

9.1.3.3 分光光度计。

- 9.1.3.4 石英管(或瓷管)。  
 9.1.3.5 石英舟(或瓷舟)。  
 9.1.3.6 吸收瓶(见图 3)。  
 9.1.3.7 石英蒸发皿(或瓷蒸发皿)。  
 9.1.3.8 比色管:25 mL。

单位为毫米

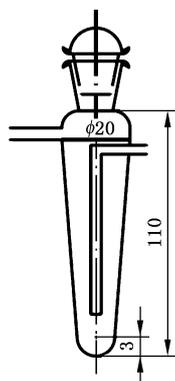


图 3 吸收瓶

#### 9.1.4 试验步骤

##### 9.1.4.1 按照图 4 安装试验装置。

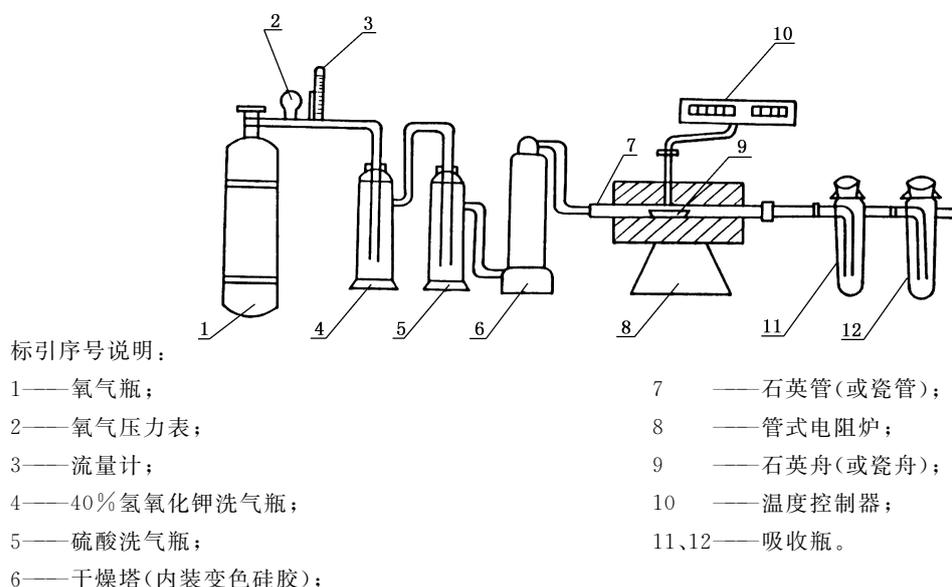


图 4 氯含量试验方法 A 试验装置

- 9.1.4.2 接通电源,调节温度控制器,使炉温升至 $(900 \pm 20)^\circ\text{C}$ ,打开氧气瓶阀,检查装置气密性。  
 9.1.4.3 于吸收瓶中分别加入 2 mL 过氧化氢(9.1.2.2)。  
 9.1.4.4 称取 0.5 g~1.0 g 试样(视氯含量高低而定),精确到 0.2 mg,放入预先在  $900^\circ\text{C}$  灼烧过的石英舟(或瓷舟)中,用镍铬丝钩将舟推入瓷管中心高温部位,迅速塞进橡胶塞(特别注意密封)。以  $150\text{ mL}/\text{min} \sim 200\text{ mL}/\text{min}$  的流量通氧(9.1.2.9)灼烧 12 min~15 min 后,停止通氧。  
 9.1.4.5 将吸收瓶中的溶液移入蒸发皿,用少量水冲洗吸收瓶,并入蒸发皿中,加 0.5 mL 氢氧化钠溶液(9.1.2.3),蒸发至 2 mL 左右,冷却,转移到比色管中,以少量水冲洗蒸发皿,并入比色管中。

9.1.4.6 将预先在 900℃ 灼烧过的空舟推入炉中心高温部位,按 9.1.4.3~9.1.4.5 的步骤进行空白试验。

9.1.4.7 在比色管中分别加入 1 mL 硝酸铁溶液(9.1.2.4)和 2 mL 硫氰酸汞溶液(9.1.2.5),用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min 后,将溶液倒入比色皿中,以水作参比溶液于分光光度计波长为 460 nm 处测量其透光度。

9.1.5 工作曲线的绘制

9.1.5.1 吸取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、9.0 mL 氯标准溶液(9.1.2.6.2),分别置于比色管中,按 9.1.4.7 测其吸光度。

9.1.5.2 加上空白值,以透光度为纵坐标,氯含量为横坐标,绘制工作曲线。

9.1.6 试验结果和计算

9.1.6.1 将测得的样品的透光度值加上空白透光度值,在工作曲线上查得相应的氯含量。

9.1.6.2 样品中氯含量按式(7)计算:

$$w_{Cl} = \frac{A}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- $w_{Cl}$  —— 样品中全氯含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $A$  —— 查工作曲线得到的氯含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m$  —— 样品质量,单位为克(g)。

计算结果表示至整数位。

9.1.6.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

9.1.7 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 5 规定,否则应重新测定。

表 5

单位为微克每克

氯含量	精密度
1~10	1
>10~50	3
>50	5

9.2 方法 B——燃烧滴定库伦法

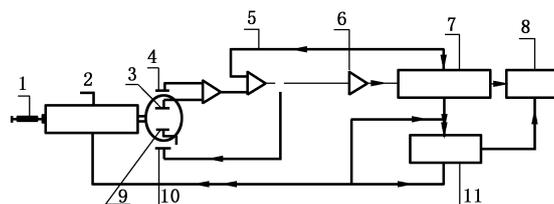
9.2.1 原理

当系统处于平衡状态时,电解池中保持恒定  $\text{Ag}^+$  浓度,样品被载气带入裂解管中和氧气充分燃烧,其中含氯化合物中的氯转化为  $\text{Cl}^-$ ,再由载气带入电解池同  $\text{Ag}^+$  反应:



电解池中  $\text{Ag}^+$  浓度降低,指示电极对即指示出这一信号的变化,并将这一变化的信号输入库仑放大器,然后由库仑放大器输出一相应的电流加到电解电极对上。电解阳极电生出被  $\text{Cl}^-$  所消耗的  $\text{Ag}^+$ ,直至恢复原来的  $\text{Ag}^+$  浓度,测出电生  $\text{Ag}^+$  时所消耗的电量,根据法拉第电解定律就可求得样品中总氯的含量。

图 5 为微库仑氯测定装置工作原理图。



标引序号说明：

- |              |              |
|--------------|--------------|
| 1 —— 石英瓷舟；   | 7 —— 数据处理系统； |
| 2 —— 裂解炉裂解管； | 8 —— 打印机；    |
| 3 —— 测量电极；   | 9 —— 电解阴极；   |
| 4 —— 参考电极；   | 10 —— 电解阳极；  |
| 5 —— 给定偏压；   | 11 —— 控制系统。  |
| 6 —— 数据采集系统； |              |

图 5 微库仑氯测定装置工作原理图

## 9.2.2 试剂和材料

9.2.2.1 冰乙酸(优级纯)。

9.2.2.2 氯标样:采用含氯 100 mg/L 以下的轻油标样。

9.2.2.3 氧气:纯度不低于 99.0%。

9.2.2.4 氮气:纯度不低于 99.9%。

## 9.2.3 仪器

9.2.3.1 电热恒温干燥箱。

9.2.3.2 电子分析天平:分度值为 0.1 mg。

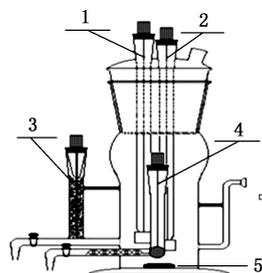
9.2.3.3 微量进样器:分度值为 0.2  $\mu\text{L}$  或 0.1  $\mu\text{L}$ 。

9.2.3.4 烧杯:50 mL, 1 000 mL。

9.2.3.5 干燥器。

9.2.3.6 石英瓷舟。

9.2.3.7 微库仑分析仪:由主体(数据采集、分析控制)、温度气体流量控制单元、搅拌器(电解池,图 6)、进样器(自动送入石英管,图 7)、计算机和打印机等部分组成。



标引序号说明：

- |            |            |
|------------|------------|
| 1 —— 测量电极； | 4 —— 电解阴极； |
| 2 —— 电解电极； | 5 —— 搅拌子。  |
| 3 —— 参考电极； |            |

图 6 电解池示意图



标引序号说明:

- 1——入电解池;
- 2——氮气入口;
- 3——氧气入口;
- 4——进样口。

图7 自动送入石英管示意图

9.2.4 环境条件

在温度为(25±5)℃,相对湿度为45%~70%的室内进行试验。

9.2.5 电解液的配制

将700 mL的冰乙酸(9.2.2.1)与300 mL的二次蒸馏水混合,贮于密闭玻璃瓶中。

9.2.6 试验步骤

- 9.2.6.1 依次打开微库仑分析仪主机、计算机、温度流量控制器、搅拌器、进样器的电源。
- 9.2.6.2 把准备好的电解池置于搅拌器内平台上,调节搅拌器的高度,使电解池毛细管入口对准石英管出口,并用铜夹子夹紧,调整电解池位置,使搅拌转子转动平稳。
- 9.2.6.3 将库仑放大器的电极连接线按标记分别接到电解池的参考、测量、阳极、阴极的接线柱上,并拧紧以保证接触良好。
- 9.2.6.4 将洁净的石英裂解管用硅橡胶堵紧其进样口,并放入裂解炉,用聚四氟乙烯管(φ4 mm)将石英裂解管的各路进气支管与温度流量控制器的对应输出口相连接。按照系统提示确认各端口的连接情况正确,氧气、氮气接口无漏气。
- 9.2.6.5 接通裂解炉冷却水,调节流量为1 L/min左右。
- 9.2.6.6 调整温控装置,分别设定二段所需的温度值[燃烧段设为(850±20)℃,气化段设为(950±20)℃]。待炉温达到设定值,接通氮气、氧气,并调节气体流量旋钮使氮气流速控制在160 mL/min,氧气流速控制在80 mL/min。用新的电解液冲洗电解池2~3遍,将电解池与石英管连接好,采集电解池偏压。一般新的电解液冲洗过的氯电解池,偏压应为200 mV以上。
- 9.2.6.7 等仪器显示平衡后,仪器进入工作状态。
- 9.2.6.8 每次样品测定前应用与待测样品氯含量相近的标准样品进行校准,调整偏压和增益,得到满意的对称峰及转化率。转化系统正常时,其转化率应在75%~120%。
- 9.2.6.9 进入样品状态,用微量进样器(9.2.3.3)抽取1 μL~2 μL氯标样(9.2.2.2),放于石英进样舟。进样时先利用推动棒将样品送到裂解管预热部位,待30 s~60 s后,再将进样舟推至加热部位让样品进行裂解,裂解产物由载气带入滴定池进行滴定。记录积分仪读数及相应积分范围电阻,按式(8)计算转化率*f*。

$$f = \frac{A \times 100 \times 0.368}{R \times V \times C} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- f* ——转化率,%;
- A* ——积分仪读数,单位为微伏秒(μV·s);

- 100 ——积分仪一个计数相当于 100 微伏秒( $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ );  
 0.368 ——氯的电化当量,单位为克每安培小时 $[\text{g}/(\text{A} \cdot \text{h})]$ ;  
 $R$  ——积分范围电阻,单位为千欧姆( $\text{k}\Omega$ );  
 $V$  ——注入标样体积,单位为微升( $\mu\text{L}$ );  
 $C$  ——标样浓度,单位为毫克每升( $\text{mg}/\text{L}$ )。

9.2.6.10 每次校准至少重复测定三次,取其平均值作为方法的转化率。

9.2.6.11 称取 10 mg~20 mg 试样(视氯含量高低而定),精确至 0.2 mg,按 9.2.6.9 进行试验,记录进样质量、积分仪计数。按式(9)计算试样的氯含量。一般地,仪器会自动计算出氯含量。

$$w_{\text{Cl}} = \frac{A \times 100 \times 0.368}{R \times W \times f} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- $w_{\text{Cl}}$  ——氯含量,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ );  
 $A$  ——积分仪读数,单位为微伏秒( $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ );  
 100 ——积分仪一个计数相当于 100 微伏秒( $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ );  
 0.368 ——氯的电化当量,单位为克每安培小时 $[\text{g}/(\text{A} \cdot \text{h})]$ ;  
 $R$  ——积分范围电阻,单位为千欧姆( $\text{k}\Omega$ );  
 $W$  ——试样质量,单位为毫克( $\text{mg}$ );  
 $f$  ——转化率, %。

## 9.2.7 试验结果

9.2.7.1 以五次平行测定的算术平均值表示其试验结果,保留两位有效数字。

9.2.7.2 同一操作人员使用同一台仪器,对同一试样在相同的条件下,用正常和正确的操作方法,进行重复测定,氯含量小于 10  $\mu\text{g}/\text{g}$  时,测定值的绝对偏差应不大于 3  $\mu\text{g}/\text{g}$ ;氯含量大于 10  $\mu\text{g}/\text{g}$  时,测定值的绝对偏差应不大于 5  $\mu\text{g}/\text{g}$ ,否则应重新测定。

## 10 氟含量的试验方法

### 10.1 方法 A——全氟含量的测定

#### 10.1.1 原理

碱熔融离子选择电极法:将试样经碱熔融分解过滤,用离子选择电极法测定试样的氟含量。

#### 10.1.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子蒸馏水。

10.1.2.1 氢氧化钠(优级纯)。

10.1.2.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=6 \text{ mol}/\text{L}$ 。

10.1.2.3 盐酸溶液(1+2):将一份体积的盐酸加入两份体积的水中。

10.1.2.4 总离子强度调节缓冲溶液:量取 500 mL 水于 1 L 烧杯中,加入 57 mL 冰乙酸、58 g 氯化钠、4.0 g 环己二胺四乙酸(CDTA),搅拌溶解。置烧杯于冷水浴中,在搅拌下缓慢加入氢氧化钠溶液(10.1.2.2)使 pH 至 5.0~5.5,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

10.1.2.5 氟标准贮备溶液(氟离子质量浓度为 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取经 105  $^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h 冷却的氟化钠(优级纯)0.221 0 g 溶于水中,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。储存于聚乙烯瓶中。

10.1.2.6 氟标准溶液(氟离子质量浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):吸取氟标准贮备溶液(10.1.2.5)5.0 mL 于

500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

10.1.3 仪器设备

- 10.1.3.1 箱式电阻炉。
- 10.1.3.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。
- 10.1.3.3 氟离子选择电极。
- 10.1.3.4 饱和甘汞电极。
- 10.1.3.5 离子活度计或电位计或精密 pH 计。
- 10.1.3.6 磁力搅拌器。
- 10.1.3.7 带盖镍坩埚。

10.1.4 试验步骤

10.1.4.1 试液制备

- 10.1.4.1.1 称取 0.5 g 样品,精确到 0.2 mg,放入镍坩埚内,加 4 g 氢氧化钠(10.1.2.1),稍加搅拌后盖上坩埚盖,将坩埚置于箱式电阻炉中。加热升温至 500 °C,保持 20 min,取出坩埚冷却。
- 10.1.4.1.2 用热水浸泡并用水洗出熔块于 100 mL 烧杯中,用盐酸(10.1.2.3)将试液的 pH 值调节到 6~7。
- 10.1.4.1.3 将试液滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤烧杯及滤纸数次,加水至刻度,摇匀。
- 10.1.4.1.4 吸取 10 mL~20 mL 试液于 50 mL 容量瓶中,加总离子强度调节缓冲溶液(10.1.2.4) 10 mL,加水至刻度,摇匀,注入 100 mL 聚乙烯杯中。
- 10.1.4.1.5 按 10.4.1.1~10.4.1.4 的步骤制备空白试液。
- 10.1.4.1.6 将氟离子选择电极和饱和甘汞电极插入空白液中,用磁力搅拌器连续搅拌溶液,待电位稳定后,在搅拌下读取平衡电位值。同法测得待测试液(10.1.4.1.4)的平衡电位值。在每次测量前,均应用水冲洗电极后,用滤纸吸干。

10.1.4.2 工作曲线的绘制

- 10.1.4.2.1 吸取氟标准溶液(10.1.2.6)1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10.0 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液(10.1.2.4),加水至刻度,摇匀,分别注入 100 mL 聚乙烯杯中。
- 10.1.4.2.2 以浓度从低到高的顺序,按 10.1.4.1.6 分别测定平衡电位值。氟标准工作液系列与试液的测定应保持温度一致。
- 10.1.4.2.3 以电位值(mV)为纵坐标,相应的含氟量(μg)为横坐标,在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

10.1.4.3 试验结果

- 10.1.4.3.1 根据测得的电位值,在工作曲线上查得相应的含氟量。
- 10.1.4.3.2 试样含氟量按式(10)计算:

$$w_F = \frac{(C_1 - C_2) V_0}{m V_1} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- $w_F$  —— 试样的含氟量,单位为微克每克(μg/g);
- $C_1$  —— 查工作曲线得到的分取试液的含氟量,单位为微克(μg);
- $C_2$  —— 查工作曲线得到的空白液的含氟量,单位为微克(μg);

$V_0$  —— 试液总体积,单位为毫升(mL);

$m$  —— 试样质量,单位为克(g);

$V_1$  —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

10.1.4.3.3 试验结果取两个平行测定值的算数平均值。

#### 10.1.5 精密度(用绝对项表示)

在同一试验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测样品相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 6 规定,否则应重新测定。

表 6

单位为微克每克

氟含量	精密度
<50	5
50~100	8
>100	10

## 10.2 方法 B——可溶于水的氟化物含量测定

### 10.2.1 原理

试样经蒸馏一定时间后冷却过滤,用离子选择电极法测定试样中可溶于水的氟化物含量。

### 10.2.2 试验步骤

10.2.2.1 称取约 15 g 样品,精确到 0.2 mg,放入 250 mL 的锥形烧瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,连接水冷回流冷凝管,置于加热板上,回流开始后沸腾至少 2 h。也可使用 400 mL 玻璃烧杯,盖上表面皿,沸腾样品。

10.2.2.2 冷却至室温,将试液滤于 100 mL 容量瓶中,用水洗涤烧瓶(烧杯)及滤纸数次,加水至刻度,摇匀。

10.2.2.3 吸取 10 mL~20 mL 试液于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液(10.1.2.4),加水至刻度摇匀,将其注入 100 mL 聚乙烯杯中。

10.2.2.4 用蒸馏水做空白液,按 10.2.2.3 的步骤进行空白试验。

10.2.2.5 按 10.1.4.1.6 测得空白液和待测试液的平衡电位值。

10.2.2.6 按 10.1.4.2 绘制工作曲线。

### 10.2.3 试验结果

试样中可溶于水的氟化物含量试验结果按 10.1.4.3 计算。

### 10.2.4 精密度

可溶于水的氟化物含量试验精密度按 10.1.5 的要求执行。

## 11 耐辐照试验方法

警告:在实验室进行本试验时,应采取严格控制和合适的防护措施,应由精心挑选的训练有素的人

员及具备相应资质的机构和实验室进行这项试验,如操作不当或无合格条件,这项试验对试验人员来说是有危险的。

11.1 辐照前压缩率、回弹率试验

11.1.1 仪器设备

压缩率、回弹率试验机应至少包含以下部分及要求:

- a) 砧板:直径为 50.0 mm,端面经过硬化处理,硬度为 40 HRC~50 HRC,表面粗糙度  $R_a$  不大于 1.6  $\mu\text{m}$ ;
- b) 压头:直径为(6.4±0.025)mm,底部端面经硬化处理,硬度为 40 HRC~50 HRC,表面粗糙度  $R_a$  不大于 1.6  $\mu\text{m}$ ;
- c) 千分表:分度值为 0.002 mm,用以显示试样厚度;
- d) 初载荷装置:应包含压头自重及另加的重量,载荷测量精度为±1%;
- e) 主载荷装置:施加规定的主载荷到压头上的装置,该装置可由配重、液压缸、气压缸或其他能均匀提供主载荷的装置组成。精度为±1%。

11.1.2 试验步骤

11.1.2.1 选取同一批次柔性石墨板样品,按(4.5)制取后,将试样放在砧板和压头之间,使载荷通过压头轴线,匀速施加初载荷 22.2 N,维持 15 s,记录试样的厚度。

11.1.2.2 在 10 s 内匀速加上 1 090 N 的主载荷(至总载荷为 1 112 N),维持 60 s 后记录试样在总载荷下的厚度。

11.1.2.3 卸掉主载荷,保持 60 s 后记录试样回到初载荷下的厚度。

11.1.3 试验结果和计算

11.1.3.1 压缩率和回弹率分别按式(11)和式(12)计算:

$$C = \frac{t_0 - t_1}{t_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

$$R = \frac{t_2 - t_1}{t_0 - t_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- $C$  —— 压缩率;
- $t_0$  —— 初载荷下的试样厚度,单位为毫米(mm);
- $t_1$  —— 总载荷下的试样厚度,单位为毫米(mm);
- $R$  —— 回弹率;
- $t_2$  —— 回到初载荷后的试样厚度,单位为毫米(mm)。

11.1.3.2 试验结果以一组试样测试值的算术平均值表示,取两位有效数字。

11.2 辐照试验程序

11.2.1 从与 11.1 试验的样品同一批次内选取足够用量的柔性石墨板样品进行辐照试验。

11.2.2 辐照试验应按照用户要求,采用合适的辐照源、辐照剂量、介质、温度、试样尺寸,试验方法和程序应按 GB/T 26168.2 中的规定执行。

11.3 辐照后压缩率、回弹率试验

将完成辐照试验 11.2 后的样品,按 4.5 的要求制样后,按 11.1.2 中规定的步骤进行压缩率、回弹率

试验,结果按 11.1.3 的要求进行结果计算。

## 12 碳、硫元素试验方法——燃烧红外法

### 12.1 原理

使用碳硫分析仪对样品中的碳元素、硫元素进行分析。该仪器主要的原理是样品经过 1 300 ℃ 以上充分燃烧后,碳元素转化成 CO<sub>2</sub> 气体,硫元素转化为 SO<sub>2</sub> 气体,将气体导入分析池后,通过红外光谱检测,由于不同种类的气体分子对红外线的吸收率不同,可以精确地测定气体中的 CO<sub>2</sub> 和 SO<sub>2</sub> 含量,从而计算出样品中的碳元素含量和硫元素含量。

### 12.2 仪器设备及试剂

12.2.1 碳硫分析仪,主要应包含氧气流、燃烧池、气体净化系统、流量调节系统、红外检测系统、数据处理系统等。

12.2.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。

12.2.3 瓷舟。

12.2.4 氧气:纯度大于 99.999%。

### 12.3 试验步骤

12.3.1 依次打开碳硫分析仪设备专用空气开关,打开稳压电源“总开”开关,指示灯亮。再依次打开电脑主机电源和碳硫分析仪的主机电源。

12.3.2 各项参数稳定后,打开燃烧池加热开关,使炉温稳定升至指定温度,根据系统提示,一般应不低于 1 300 ℃。

12.3.3 打开气流系统开关,接通氧气,调节流速至指定值,按照系统提示确认各端口的连接情况正确,氧气接口无漏气。

12.3.4 称取 0.010 0 g~0.020 0 g 置于预先灼烧至无黑色固体的干净瓷舟内,记录样品准确重量  $m_0$ ,精确到 0.1 mg。

12.3.5 按系统提示进入进样状态后,用镍铬丝钩将瓷舟推入燃烧池中心位置,按系统提示开始分析过程,仪器自动记录所得碳元素  $m_C$  及硫元素  $m_S$  质量。

12.3.6 如有需要,固定碳含量可根据式(13)计算:

$$w_C = \frac{m_C}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

$w_C$  ——样品中固定碳含量;

$m_C$  ——样品碳元素质量,单位为克(g);

$m_0$  ——灼烧前样品质量,单位为克(g)。

硫元素含量可根据式(14)计算,一般地,仪器会自动给出对应的硫含量,碳元素含量可通过式(13)进行转化:

$$w_S = \frac{m_S}{m_0} \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

$w_S$  ——样品中硫含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );

$m_S$  ——样品硫元素质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$  ——灼烧前样品质量,单位为克(g)。

12.3.7 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

### 13 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本文件编号；
  - b) 样品的测试项目、规格、牌号；
  - c) 样品个数、编号；
  - d) 生产厂和/或委托单位；
  - e) 试验结果；
  - f) 试验中的异常现象；
  - g) 试验日期、人员。
- 







