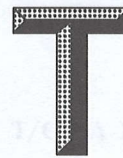


ICS 27.220
CCS G 49



团 体 前 言 标 准

T/CRIS 20004—2024

石墨化炉专用炭黑

Carbon black for graphitization furnace

2024-08-05 发布

2024-11-01 实施



中国橡胶工业协会 发布
中国标准出版社 出版

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。

本文件由中国橡胶工业协会提出并归口。

本文件起草单位：江西三二零碳材料科技有限公司、内蒙古恒科新材料科技有限公司、江西宁新新材料股份有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、龙星化工股份有限公司、山西盛达威科技有限公司、山西安仑化工有限公司、山西三强新能源科技有限公司、新疆峻新化工股份有限公司、云南云维飞虎化工有限公司、贝特瑞(四川)新材料科技有限公司、湖南中科星城石墨有限公司、贵州长宇新材料有限公司、青岛德固特节能装备股份有限公司。

本文件主要起草人：丁丽萍、张小华、蒋新良、王腾师、皮涛、陶振友、李海航、刘金平、陈开林、牛嘉豪、梁智彪、马宝亮、朱连超、魏振文、胡春雷、侯利恒、邓碧云、刘玉玺、胡琪、李江标、田家利、李龙辉、崔庆渊、李富宾、王志勇、单兵凯、乔习学、李义彬、薛亚磊、金延超、姚新啟。

石墨化炉专用炭黑

1 范围

本文件规定了石墨化炉专用炭黑的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存和运输。

本文件适用于负极材料石墨化加工用石墨化炉炉底保温填充专用炭黑,其他石墨化炉保温填充材料可参照执行。

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 3778 橡胶用炭黑
- GB/T 3780.1 炭黑 第1部分:吸碘值试验方法
- GB/T 3780.8 炭黑 第8部分:加热减量的测定
- GB/T 3780.10 炭黑 第10部分:灰分的测定
- GB/T 3780.12 炭黑 第12部分:杂质的检查
- GB/T 3780.14 炭黑 第14部分:硫含量的测定
- GB/T 3781.9 乙炔炭黑 第9部分:电阻率的测定
- GB/T 3782 乙炔炭黑
- GB/T 7044 色素炭黑
- GB/T 7047 色素炭黑 挥发分含量的测定

3 术语和定义

GB/T 3778、GB/T 3782界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电阻率石墨化衰减率 resistivity graphitization attenuation rate

炭黑在石墨化炉中作为炉底填充料的应用时,以百分比为单位表示的炭黑电阻率的衰减程度。

4 技术要求

石墨化炉专用炭黑技术要求见表1。

表 1 石墨化炉专用炭黑技术要求

技术指标名称	技术指标标准要求
吸碘值/(g/kg)	76~88
挥发分/(%)	≤1.5
硫分/(%)	≤1.0
粉体电阻率/($\mu\Omega \cdot m$)	≥1 600
电阻率石墨化衰减率/(%)	≤20
加热减量/(%)	≤1.5
灰分/(%)	≤0.7
杂质	无

注：产品应用单位如有金属离子含量等其他技术要求或对以上技术指标有特殊要求的，由供需双方协商解决。

5 试验方法

- 5.1 吸碘值的测定应按 GB/T 3780.1 的规定进行。
- 5.2 挥发分的测定应按 GB/T 7047 的规定进行。
- 5.3 硫分的测定应按 GB/T 3780.14 的规定进行。
- 5.4 粉体电阻率的测定应按 GB/T 3781.9 的规定进行。
- 5.5 电阻率石墨化衰减率的测定应按附录 A 进行。
- 5.6 加热减量的测定应按 GB/T 3780.8 的规定进行。
- 5.7 灰分的测定应按 GB/T 3780.10 的规定进行。
- 5.8 杂质的测定应按 GB/T 3780.12 的规定进行。

6 检验规则

6.1 组批核采样

样品组批和采样按 GB/T 7044 的规定进行。

6.2 出厂检验

产品出厂检验项目包括表 1 中所列全部要求项目。

6.3 型式检验

有下列情况之一时，应参照表 1 规定的检验项目进行型式检验：

- a) 客户要求应用时；
- b) 产品储存 3 个月以上应用时；
- c) 产品停产超过 3 个月时；
- d) 产品技术状态发生重点变化时。

6.4 判定规则

6.4.1 根据样品检验结果对样品批次产品的质量水平进行判定。

6.4.2 检测项目未达到技术指标,允许取双倍样品进行复检。复检结果达到技术指标要求的,判定为合格;否则,判定为不合格。

7 包装、标志、贮存和运输

样品的包装、标志、贮存和运输应按 GB/T 7044 的规定进行。

附录 A

(规范性)

电阻率石墨化衰减率测定方法

A.1 概述

炭黑粉体电阻率石墨化衰减率测定装置(以下简称测定装置)是测定压缩成环形圆柱筒内的炭黑试样的电阻率降低变化数值,通过计算直接读出电阻率石墨化衰减率。

A.2 原理

在炭黑作为炉底填充料重复使用的过程中,其耐热、隔热的性能逐渐衰减。炭黑经多次石墨化以后,当其电阻率低于 $900 \mu\Omega \cdot m$ 时,将降低耐热隔热性能,并且导电性能增强,不能满足炉底填充料的使用要求,此时应更换新的炉底填充料。测定装置模拟炭黑产品在石墨化炉应用过程中的场景,通过试验数据处理定量表征炭黑产品的应用性能。

本附录列举的测定装置是一种类似于石墨化炉模型的电热装置,两端安装有石墨电极,将炭黑试样填满于该装置的环形圆筒内,在两端电极上接 380 V 电压对该装置进行瞬间通电,可在该装置的炭素棒中心瞬间产生 $2700 \text{ }^\circ\text{C} \pm 100 \text{ }^\circ\text{C}$ 的高温;根据欧姆定律和电热效应,可对装置中的试样炭黑进行电热石墨化处理,经过石墨化处理后的炭黑,其电阻率和耐热隔热性能不断降低,通过计算每一次电阻率降低的数值,核算出炭黑粉体电阻率石墨化衰减率。

试验过程中每次炭黑的电阻率石墨化衰减程度按公式(A.1)计算:

$$V_N = \frac{S_{N-1} - S_N}{S_{N-1}} \times 100\% \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

- V_N ——第 N 次石墨化后炭黑的电阻率石墨化衰减率, %;
 S_{N-1} ——第 N 次石墨化处理前的炭黑电阻率值,单位为微欧米($\mu\Omega \cdot m$);
 S_N ——第 N 次石墨化后的炭黑电阻率值,单位为微欧米($\mu\Omega \cdot m$);
 N ——炭黑样品在测定装置中进行石墨化的次数,单位为次。

炭黑样品石墨化衰减率按公式(A.2)计算:

$$V = \frac{\sum V_N}{N} \quad \text{..... (A.2)}$$

式中:

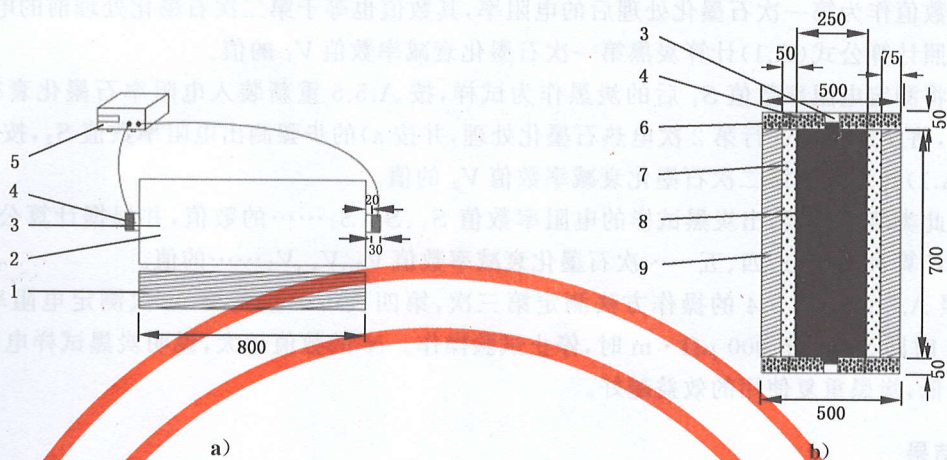
V ——电阻率石墨化衰减率, %。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平,分度值为 1 mg。

A.3.2 炭黑粉体电阻率的石墨化衰减率测定装置见图 A.1。

单位为毫米



标引序号说明：

- 1——凹槽型测试台；
- 2——圆柱型电阻率测定器；
- 3——铜片电极；
- 4——圆柱形碳素棒柄；
- 5——380 V 电弧发生器；
- 6——石英砂衬底板；
- 7——炭黑试样；
- 8——圆柱形碳素棒；
- 9——环形碳毡外壳。

图 A.1 炭黑电阻率石墨化衰减率测试装置示意图

A.4 试验条件

试验条件为室内温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 。

A.5 试验步骤

A.5.1 取样：按照 GB/T 7014 的取样方法进行取样并选取约 70 kg 样品放入不锈钢桶中备用。

A.5.2 粉碎：将炭黑样品干燥后，按照炭黑 pH 值的检测方法，利用粉碎机或研钵和研杵将炭黑试样粉碎至 0.5 mm 以下。

A.5.3 过筛：将粉碎后的炭黑样品分别过 32 目（筛网孔径约 0.5 mm）筛网和 48 目（筛网孔径约 0.3 mm）筛网，选取过筛后的炭黑微粒 60 kg 试样作为石墨化处理的样品放入不锈钢桶中备用。

A.5.4 初始电阻率测定：用过筛后的炭黑按照 GB/T 3781.9 的规定测定初始电阻率。

A.5.5 电热石墨化处理：将一定量过筛后的炭黑试样装满电阻率石墨化衰减率测定装置（见图 A.1）的环形圆柱筒，并夯实挤压排出空气，将装置两端炭素棒柄上的铜片电极接通 380 V 电源，通电 2 min 后断电，通电过程中电阻率为 $150\text{ }\mu\Omega \cdot \text{m}$ 的炭素棒中心会根据电热效应产生 $2700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温，从而对环形圆柱筒内的粉体炭黑产生电热石墨化效应。断电 5 min 后再次通电 2 min，以此类推，反复对环形圆柱筒内的粉体炭黑样品进行 5 次电热石墨化处理。这样处理后的粉体炭黑试样即为一次石墨化。

A.5.6 电阻率石墨化衰减率测定与计算：

- a) 第 1 次石墨化处理后，待电阻率石墨化衰减率测定装置内的粉体炭黑自然冷却至 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，取

出环形圆柱筒内的部分粉体炭黑样品并按 A.5.4 测定其电阻率,记录电阻率数值 S_1 ,此电阻率数值作为第一次石墨化处理后的电阻率,其数值也等于第二次石墨化处理前的电阻率,同时按照计算公式(A.1)计算炭黑第一次石墨化衰减率数值 V_1 的值。

b) 再将测定电阻率数值 S_1 后的炭黑作为试样,按 A.5.5 重新装入电阻率石墨化衰减率测定装置,将炭黑试样进行第 2 次电热石墨化处理,并按 a) 的步骤测出电阻率数值 S_2 ,按照计算公式(A.1)计算炭黑第二次石墨化衰减率数值 V_2 的值。

c) 依此类测,分别测出炭黑试样的电阻率数值 S_3 、 S_4 、 S_5 ……的数值,并根据计算公式(A.1)分别计算炭黑第三、四、五……次石墨化衰减率数值 V_3 、 V_4 、 V_5 ……的值。

A.5.7 按照 A.5.5 和 A.5.4 的操作方法测定第三次,第四次……直到第 N 次测定电阻率数值小于 $900 \mu\Omega \cdot m$ 时即 S_N 小于 $900 \mu\Omega \cdot m$ 时,停止试验操作。 N 的数值越大,说明炭黑试样电阻率的石墨化衰减率越低,炭黑重复使用的效益越好。

A.6 计算结果

根据试验过程中计算的石墨化处理次数 N 以及第 N 次的石墨化衰减率数值 V_N ,按照公式(A.2)求取石墨化衰减率 V_N 的加权平均值 V 作为技术指标中电阻率石墨化衰减率的数值进行样品最终质量指标的评判。

允许差:同一炭黑试样的检测结果之差不超过 5%。

T/CRIA 20004—2024

出环形电极筒内的部分粉体炭层样品并放 A.5.1 型定电阻率,记录电阻率数值 S_1 ,此电阻率数值即为第一次石墨化处理后的电阻率,其数值记为 S_1 ;第二次石墨化处理后的电阻率,同样按照计算公式(A.1)计算获得第一次石墨化炭层率数值 V_1 的值。

iv) 再将测定电阻率数值 S_2 的炭层作为试样,按 A.5.1 型定电阻率石墨化炭层率测定装置,将炭层试样进行第二次电炉石墨化处理,并按 A.5.1 型定电阻率测定装置,按照计算公式(A.1)计算获得第二次石墨化炭层率数值 V_2 的值。

v) 以此类推,分别测出炭层试样的电阻率数值 S_3, S_4, S_5, \dots 的数值,并根据计算公式(A.1)分别计算获得第三、四、五、……次石墨化炭层率数值 V_3, V_4, V_5, \dots 的值。

A.5.2 按照 A.5.1 和 A.5.4 的操作方法测定第三次、第四次、……直到第 N 次电炉石墨化炭层率 V_N 。当 $V_N < 0.01$ 或 $V_N < 0.01 \mu\Omega \cdot m$ 时,停止试验操作。 N 为炭层试样,炭层炭化率测定,炭层重复使用的次数和号。

A.5 计算结果

根据试验过程中计算的石墨化炭层率 V_1 以及第 N 次的石墨化炭层率数值 V_N ,按公式(A.2)求得石墨化炭层率 V 的加权平均值 V 作为该不纯物中电炉石墨化炭层的炭层率或石墨化率的数据。

注:炭层率 V 的试验结果,不大于 100% 。

中国橡胶工业协会
团体标准
石墨化炉专用炭黑

T/CRIA 20004—2024

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

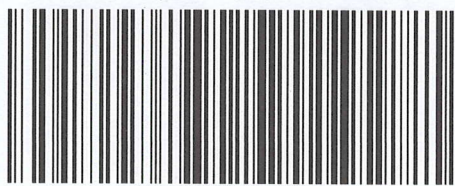
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2024年11月第一版 2024年11月第一次印刷

*

书号:155066·5-8712 定价 31.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



T/CRIA 20004-2024