

球形石墨企业化验室记录及报告编制规程

2021-06-04发布

2021-07-03实施

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 分类 1

5 原则 v. 1

 5.1 原始记录 1

 5.2 出厂检验报告 1

6 管理要求 2

 6.1 记录的编制 2

 6.2 记录的填写 2

 6.3 记录的发送或传递 2

 6.4 记录的保管及销毁 2

附录 A（资料性） 记录编号规则 3

 A.1 页面尺寸 3

 A.2 记录编号及名称 3

附录 B（资料性） 水分测定原始记录表 4

 B.1 灰分测定原始记录表 4

 球形石墨企业水分测定原始记录表 4

附录 C（资料性） 灰分测定原始记录表 5

 C.1 灰分测定原始记录表 5

附录 D（资料性） 挥发分及固定碳测定原始记录表 6

 D.1 挥发分及固定碳测定原始记录表 6

附录 E（资料性） 粒度分布测定原始记录表 7

 E.1 粒度分布测定原始记录表 7

附录 F（资料性） pH 值测定原始记录表 8

 F.1 pH 值测定原始记录表 8

附录 G（资料性） 振实密度测定原始记录 9

 G.1 振实密度测定原始记录表 9

附录 H（资料性） 比表面积测定原始记录表 10

 H.1 比表面积测定原始记录表 10

附录 I（资料性） 微量元素测定原始记录表 11

 I.1 微量元素测定原始记录表 11

附录 J（资料性） 磁性金属物测定原始记录表 13

J.1 磁性金属物测定原始记录表 13

附录 K（资料性） 检验报告 15

K.1 检验报告 15

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部分可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由黑龙江省工业和信息化厅提出。

本文件由黑龙江省石墨产品标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：国家石墨产品质量监督检验中心、黑龙江洽盟标准化管理专业咨询有限责任公司、黑龙江省知识产权保护中心。

本文件主要起草人：王海滨、吕国良、马冀、马延宾、高斯珈。

引 言

由于国家对球形石墨企业化验室记录及报告编制无统一规定，各球形石墨生产企业自行编制的记录各不相同，水平参差不齐。通过对球形石墨企业化验室记录及报告格式的统一，可以达到推动我省球形石墨企业化验室记录及报告的规范化和科学化的目的，提高质量控制水平。为记录及报告信息化管理创造基础条件，进一步规范我省球形石墨企业化验室的管理水平。

球形石墨企业化验室记录及报告编制规程

1 范围

本文件规定了球形石墨企业化验室记录及报告编制规程的分类、原则、管理要求。
本文件适用于球形石墨企业化验室各类记录格式编制及填写。

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 3521 石墨化学分析方法
- GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积
- GB/T 24533 锂离子电池石墨类负极材料
- GB/T 38887 球形石墨

3 术语和定义

GB/T 38887 界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

球型石墨 采用高纯度天然石墨为原料，对石墨进行改性处理，生产出呈椭球形的石墨产品。 [来源：GB/T 38887-2020，3.1]

4 分类

球形石墨生产企业化验室记录类型分两类：

- 原始记录，；
- 出厂检验报告。

5 原则

5.1 原始记录

原始记录是化验室对原料、半成品、成品检验及管理的证实，直接反映其有关质量技术数据，实现可追溯性。

5.2 出厂检验报告

出厂检验报告是生产企业提供给客户产品质量的证明文件。

6 管理要求

6.1 记录的编制

6.1.1 唯一标识

统一制定的原始记录、出厂检验报告、报表等记录，在记录的左上方标应有唯一性标识编码；在上方据中标有记录的名称；在右上方标有记录的编号。

6.1.2 唯一性标识的编码

唯一性标识的编码为“统一编码”+“记录编码”：HJC-□□。

6.1.3 记录的格式

统一的记录格式见资料性附录。

6.1.4 球形石墨生产企业自行编制的记录

如有需要，球形石墨生产企业可自行编制记录，按 6.1.2 要求自行编制，编码需唯一。

6.2 记录的填写

相关人员负责记录的填写，记录设置的项目逐项填写，不得缺项，不需填写的项目，用“/”明示；填写记录时，必须用钢笔、碳素笔或圆珠笔填写，填写要及时、真实、准确，不得后补、伪造；字迹要清晰、整齐，能准确识别；记录一经填写完成，原则上不允许任何部门或个人涂改，以确保其原始性、可追溯性和证明作用。如系笔误或经证实原有记录不准确，可由本人在原始记录上采用加“一”杠改形式更改，并加注更改人唯一性标识，但应保留原有记录的可识别性。凡涂、贴、刮等方式改动的记录一律作废。同时需其它人员签字确认的记录，必须由其本人签字确认才可生效。

6.3 记录的发送或传递

6.3.1 内部使用

需提供给其它部门/人员的记录，接收人员应在记录的相应位置或记录交接单上签字确认。

6.3.2 客户交付

提供给用户的出厂检验报告，用户方人员应在报告的底联上签字确认。

6.4 记录的保管及销毁

记录由填写人员及需发送部门人员保管，化验室对已完成的整本记录进行保存。记录保存期限通常为 5 年，如超过保存期限时，由保存记录的人员提出销毁申请，填写销毁文件资料记录表，检验室主任确认并批准要销毁的记录。

附 录 A
(资料性)
记录编号规则

A.1 页面尺寸

HQXSM-01、HQXSM-02、HQXSM-03、HQXSM-04、HQXSM-05、HQXSM-06、HQXSM-07、HQXSM-08、HQXSM-09、HQXSM-10 页面尺寸为 A4。

A.2 记录编号及名称

- HQXSM-01 球形石墨生产企业水分测定原始记录表；
- HQXSM-02 球形石墨生产企业灰分测定原始记录表；
- HQXSM-03 球形石墨生产企业挥发分及固定碳测定原始记录表；
- HQXSM-04 球形石墨生产企业粒度分布原始记录表；
- HQXSM-05 球形石墨生产企业 pH 值测定原始记录表；
- HQXSM-06 球形石墨生产企业振实密度测定原始记录表；
- HQXSM-07 球形石墨生产企业比表面积测定原始记录表；
- HQXSM-08 球形石墨生产企业微量元素测定原始记录表；
- HQXSM-09 球形石墨生产企业磁性金属物测定原始记录表；
- HQXSM-10 球形石墨生产企业检验报告表。

附录 B
(资料性) 水分测定原始记录表

B.1 灰分测定原始记录表

球形石墨生产企业水分测定原始记录表如下。

球形石墨企业水分测定原始记录表

HQXSM-01

样品编号		样品名称	
样品状态		规格型号	
检验项目	水分	检测依据	
收样日期	年 月 日	检验日期	年 月 日
检测环境	温度 ℃ 湿度 %RH		
序号	仪器设备名称	仪器设备编号	仪器设备状态
1	卡尔费休水分测定仪		
2	分析天平		
计算公式	$\text{水分}(\%) = \frac{(\text{消耗量}[\text{mC}] \div 10.72[\text{mC}/\mu\text{g}] - (\text{漂移}[\mu\text{g}/\text{min}] \times \text{持续时间}[\text{min}] - \text{空白值}[\mu\text{g}]) \times \text{质量}[\text{g}]}{\text{质量}[\text{g}]} \times 10^6[\text{mg}/\text{g}]$		
检验过程	称取 1.0g 左右样品精确到 (0.1mg)置于样品瓶中，迅速用铝箔将瓶口封住打开仪器，连接电源线前， 关闭电源开关。同时接上接地线。在滴定池池盖上装上三通、干燥管，需要在三通废气口装上特氟龙的管子。使用附件中 Junlon 管连接载气，载气可以为氮气，压力为 0.1-0.15MPa（不可以超过 0.8MPa）。通过调节蓝色旋钮设定流速，流速为 0.15-0.3L/min。在蒸发炉面板上设置温度。使用特定的模具来做 铝制样品槽，用镊子将铝制的样品槽放入玻璃样品室中。用钳子将样品池放入蒸发室预热，进行空白扣除。扣除背景后冷却，将样品室倾斜，用特制的进样工具放入样品。按 TITRATION 键		
检验数据			
消耗量 mC			
漂移			
空白			
试样量			
实测值(%)			
平均值(%)			
报告值(%)			

检验者： 校核者：

附录 C
(资料性) 灰分测定原始记录表

C.1 灰分测定原始记录表

球形石墨企业灰分测定原始记录表如下。

球形石墨企业灰分测定原始记录表

HQXSM-02

样品编号		样品名称	
样品状态		规格型号	
检验项目	灰分	检测依据	
收样日期	年 月 日	检验日期	年 月 日
检测环境	温度 ℃	湿度 %RH	
序号	仪器设备名称	仪器设备编号	仪器设备状态
1	烘箱		
2	分析天平		
3	高温炉		
试验步骤	准确称取 0.3g~1g (高纯石墨称取 1g~2g) 经干燥过的试样, 精确到 0.1mg (高纯石墨精确到 0.01mg) 置于已恒重的样舟中, 将样舟放入到以升温至 900℃~1000℃的高温炉中, 预热 1min 后推入高温带, 引入氧 气或空气流, 灼烧至无黑色斑点, 取出冷却后置于干燥器中, 冷却至室温, 称量。再放入高温炉中灼烧 30min 取出, 冷却, 称量。如此反复, 直至恒重		
计算公式	$\omega_2 = \frac{m_7 - m_3}{m} \times 100$		
检验数据			
样舟第一次恒重 m1 (g)			
样舟第二次恒重 m2 (g)			
样舟质量 m3 (g)			
样舟+样重 m4 (g)			
样重 m=(m4-m3) g			
灼烧后 (样舟+样重 (第一次) m5 (g)			
灼烧后 (样舟+样重) (第二次) m6 (g)			
灼烧后 (样舟+样重) m7 (g)			
实测值 (%)			
报告值 (%)			
相对相差 (%)			

检验者:

校核者:

附 录 D
(资料性) 挥发分及固定碳测定原始记录表

D.1 挥发分及固定碳测定原始记录表

球形石墨企业挥发分及固定碳测定原始记录表如下。

球形石墨企业挥发分及固定碳测定原始记录表

HQXSM-03

样品编号		样品名称	
样品状态		规格型号	
检验项目	挥发分	检测依据	
收样日期	年 月 日	检验日期	年 月 日
检测环境	温度 °C	湿度 %RH	
序号	仪器设备名称	仪器设备编号	仪器设备状态
1	烘箱		
2	分析天平		
3	热解炉		
试验步骤	准确称取 0.5g~1.0g 经干燥的试样，精确到 0.1mg，置于已恒重的石英舟中，将石英舟置于托盘中，固定碳含量大于等于 98% 的石墨，将其放入已升温至 400℃±10℃ 的热解炉中，在此温度下恒温 1h；固定碳含量小于 98% 的石墨，将其放入已升温至 950℃±10℃ 并已桐庐稳定氮气流（约 200mL/min）的热解炉炉口处，关上炉门，预热 1min~2min，将托盘推入高温带，开始计时，灼烧 7min 后将托盘移至炉口，取出，稍冷 1min~2min 后，置于干燥器中冷却到室温，称量。		
计算公式	$\omega_3 = \frac{m_4 - m_5}{m} \times 100 \quad \omega_4 = 100 - \omega_2 - \omega_3 \quad \omega_5 = 100 - \omega_2$ 高、中、低碳石墨固定碳按 ω_4 计算；高纯石墨按 ω_5 计算		
检验数据			
石英舟第一次恒重 m_1 (g)			
石英舟第二次恒重 m_2 (g)			
石英舟质量 m_3 (g)			
灼烧前（石英舟+样重） m_4 (g)			
样重 $m = (m_4 - m_3)$ g			
灼烧后（石英舟+样重） m_5 (g)			
实测值 (%)			
报告值 (%)			
相对相差 (%)			
固定碳 (%)			
固定碳报告值 (%)			

检验者：

校核者：

附 录 F
(资料性)
pH 值测定原始记录表

F.1 pH 值测定原始记录表

球形石墨企业 pH 值测定原始记录表如下。

球形石墨企业 pH 值测定原始记录表

HQXSM-05

样品编号			样品名称		
样品状态			规格型号		
检验项目	pH		检测依据		
收样日期	年 月 日		检验日期	年 月 日	
检测环境	℃		%RH		
序号	仪器设备名称		仪器设备编号	仪器设备状态	
1	pH 计				
2	天平				
检验过程	称取 5.00g 试样，精确到 0.01g 于 100mL 烧杯中，加入 45mL 新煮沸并冷却的蒸馏水，先加少量，用玻璃棒搅拌 使试样充分润湿，然后将剩余的水全部加入。将烧杯置于超声波清洗机中超声处理 5min, 超声时同样用玻璃棒搅 拌，过滤后测定				
pH 标准溶液	邻苯二甲酸氢钾		饱和溴化钠		其他
PH 计校正	pH 值	温 度 (℃)		校正结果 (pH)	
	pH4.00				
	pH6.88				
	pH9.22				
检验数据	编号	实测值		平均值	报告值
	1 #				
	2 #				
	3 #				

检验者： 校核者：

附 录 I
(资料性) 微量元素测
定原始记录表

I.1 微量元素测定原始记录表

球形石墨企业微量元素测定原始记录表如下。

球形石墨企业微量元素测定原始记录

HQXSM-08

样品名称		规格		样品编号		
温度℃		相对湿度%		收样日期		
检验日期		检验元素:				
检验方法		重复次数		观测方向		
设备名称		设备型号		设备编号		
等离子体流量/ (L/min)		辅助流量/ (L/min)		雾化器流量 (L/min)		
射频功率/W		试样流量/ (L/min)		测量时间/s		
检验过程						
称取 0.4g~0.5g 试样，于清洗干净的消解罐中，加入 3mL 硝酸，9mL 盐酸，摇匀，拧紧样品盖，置于微波消解仪中 消解（消解温度不低于 180℃，时间不低于 15min）。消解完成后，冷却到室温，过滤，定容至 100mL 容量瓶中。同样 方法制作一个空白样品。						
计算公式 $\omega = \frac{C \times V \times F}{m}$ ω : 试样中元素质量 mg/Kg; C: 样品浓度 $\mu\text{g/mL}$; V: 定容体积 mL; m: 试样量, g; F: 样品稀释倍数。						
标准曲线绘制						
元素	标准溶液	加入标准溶液体积 (mL)				谱线波长/nm
Fe						
Na						
Cr						
Cu						
Ni						
Al						
Mo						
Zn						
Co						
Si						
标准曲线回归方程						
Fe:		R=		Na:	R=	
Cr:		R=		Cu:	R=	
Ni:		R=		Al:	R=	
Mo:		R=		Zn:	R=	
Co:		R=		Si:	R=	

检测结果											
测定	样品量 (g)	Fe	Na	Cr	Cu	Ni	Al	Mo	Zn	Co	Si
1											
2											
空白											

检验者：

校核者：

附录 J
(资料性) 磁性金属物测定原始记录表

J.1 磁性金属物测定原始记录表

球形石墨企业磁性金属物测定原始记录表如下。

球形石墨企业磁性金属物测定原始记录表

HQXSM-09

样品名称		规格		样品编号			
温度℃		相对湿度%		收样日期			
检验日期		检验元素:					
检验方法		重复次数		观测方向			
设备名称		设备型号		设备编号			
等离子体流量/ (L/min)		辅助流量/ (L/min)		雾化器流量 (L/min)			
射频功率/W		试样流量/ (L/min)		测量时间/s			
检验过程							
清洁磁棒: 将磁棒放入清洗干净的锥形瓶中, 加入 2.00mL 硝酸, 6.00mL 盐酸, 加水至浸没磁棒, 置于加热装置加热, 将溶液加热到沸腾, 并保持 30min, 加热过程中至少摇晃 3 次, 加热完毕, 取下锥形瓶, 自然冷却到室温, 然后用水将磁棒清洗 3 次, 备用。 样品称取: 准确称取 200g±10g (精确到 0.01g) 样品于清洗干净的样品瓶中。 吸附磁性物质: 向装有样品的样品罐, 加入 300mL 无水乙醇, 加入清洗干净的磁棒, 盖紧罐盖, 充分摇匀后, 将 样品罐置于滚动装置上, 将滚动速度设置在 60r/min~80r/min, 滚动 30min, 滚动过程中至少摇晃样品罐 3 次。 清洗: 滚动完毕后, 取出磁棒转入锥形瓶中, 用水清洗后, 记录 50mL 无水乙醇, 在超声波清洗仪上超声 20s, 重复 3 次。然后再用水清洗磁棒和锥形瓶 3 次。 消解磁性物质: 清洗完毕后, 向装有磁棒的锥形瓶中加入 1.5mL 硝酸, 4.5mL 盐酸, 加水约 50mL, 置于电热板上加 热, 加热至微沸 30min 且溶液不干涸, 加热完成后自然冷却到室温, 移入 50mL 容量瓶中, 定容。 空白: 随同样品进行空白试验。							
计算公式 $\omega = \frac{C \times V \times F}{m}$ ω: 试样中元素质量 mg/Kg; C: 样品浓度 $\mu\text{g/mL}$; V: 定容体积 mL; m: 试样量, g; F: 样品稀释倍数。							
标准曲线绘制							
元素	标准溶液	加入标准溶液体积 (mL)					谱线波长/nm
Fe							
Cr							
Co							
Ni							

标准曲线回归方程					
Fe:		R=		; Cr: R=	
Co:		R=		; Ni: R=	
检测结果 (mg/Kg)					
测定	样品量 (g)	Fe	Cr	Co	Ni
1					
2					
空白					

检验者:

校核者:

附 录 K
(资料性)
检验报告

K.1 检验报告

检验报告样式如下。

检 验 报 告

报告编号

产品名称

生产单位

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX 公司（厂）

产品名称		规格型号	
生产日期/批号		等 级	
生产单位		生产单位地址	
样品编号		收样数量	
样品状态		采样人员	
收样人员		收样日期	
检验项目		不合格项数	
检验日期		检验日期	
检验依据			
检 验 结 论			
备注			

报告编号：

共 页

批 准：

审 核：

主 检：

检 验 报 告 附 页

报告编号：

共 页第 页

序号	检验项目		标准要求	检验结果	单 项 判
1	水分（%）				
2	灰分（%）				
3	挥发分（%）				
4	固定碳（%）				
5	粒度分布	D10/ μ m			
		D50/ μ m			
		D90/ μ m			
		Dmax/ μ m			
6	pH 值				
7	振实密度（g/cm³）				
8	比表面积(m²/g)				
9	微量元素(mg/kg)				
10	磁性金属物(mg/kg)				
以下空 白					