

ICS 59.060.20

CCS W 50

FZ

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T ×××××—××××

碳纤维 碱金属及碱土金属含量试验方法

Carbon fiber—Test method for content of alkali metal and
alkaline-earth metal

(报批稿)

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由上海市纺织工业技术监督所归口。

本文件起草单位：中国科学院宁波材料技术与工程研究所、广东中科爱嵘新材料科技有限公司、宁波新材料测试评价中心有限公司、中国科学院山西煤炭化学研究所、上海纺织集团检测标准有限公司、中国化学纤维工业协会、上海市纺织工业技术监督所。

本文件主要起草人：李德宏，钟俊俊、陈红婷、谢开锋、刘东艳、吴军、李德利、王丽莉。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

碳纤维 碱金属及碱土金属含量试验方法

警示：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规规定的条件。

1 范围

本文件规定了碳纤维中的碱金属(钾、钠)含量和碱土金属(钙、镁)含量试验方法。本文件适用于碳纤维的短纤维、束丝。碳纤维毡、碳纤维布等，可参照使用。

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 4146（所有部分） 纺织品 化学纤维
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146（所有部分）界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

碳纤维经高温灰化后，用氢氟酸和盐酸溶解灰分残渣。采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-OES)，在相应分析波长下测得钾、钠、钙、镁各元素的发射强度，对照标准工作曲线，计算试液中各元素的含量。碱金属与碱土金属总含量为各元素含量之和。

5 试剂

除特别规定外，所有试剂均为优级纯；水为符合 GB/T 6682规定的一级水。

- 5.1 浓盐酸：密度为 1.19 g/cm³。
- 5.2 浓硝酸：密度为 1.40 g/cm³。
- 5.3 氢氟酸：40.0%。
- 5.4 盐酸(1+2)：1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。
- 5.5 钾、钠、钙与镁混合标准溶液：单标标准品（1 000 mg/L）或混合标准品（1 000 mg/L）。或者，按 GB/T 602 分别配制各元素的标准储备溶液，再等比例混合，定容至 1 000 mg/L。

6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES)：配备抗氢氟酸进样系统，仪器参数和工作条件参考附录 A。
- 6.2 马弗炉：最高炉温≥1000℃，控温精度为±10℃。
- 6.3 干燥器：干燥剂为变色硅胶。
- 6.4 天平：分度值为 0.1 mg。
- 6.5 电热板：温度可调节。
- 6.6 铂金坩埚：50 mL，用稀硝酸和水冲洗、烘干。

FZ/T ×××××-××××

- 6.7 刻度移液管：1 mL。
- 6.8 微量注射器：50 μL、100 μL、250 μL。
- 6.9 具塞塑料容量瓶：10 mL，用稀硝酸和水冲洗、烘干。
- 6.10 坩埚钳。

7 试样制备

称取样品约(2~3)g，精确至0.1mg，置于铂金坩埚中。放入马弗炉中，保持炉门微开约15mm，逐渐升温至设定温度，高强型和高强中模型碳纤维：600℃，高强高模型碳纤维：700℃。到达规定温度后，保持炉门微开约15mm；每30min再全开启一次炉门，约1min，增加氧气供应。灼烧3h，至坩埚中无黑色物质。如仍有黑色物质，可适当延长灼烧时间，但需记入试验报告。快速降温至300℃后，取出，放入干燥器冷却。

在通风橱中，沿坩埚壁旋转加入0.5mL氢氟酸，浸没灰分残渣。在已升温至150℃的电热板上，加热至全部蒸发。

注：操作过程，应配备化学防护眼镜、防酸碱手套等防护装置。

冷却后，加入5mL盐酸(1+2)，加热浸取(10~15)min。冷却至室温后，转移至10mL塑料容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。得到澄清透明的试液，备用。同时进行试剂空白试验。

8 钾、钠、钙、镁含量的测定

8.1 混合标准中间液的制备

用刻度移液管从钾、钠、钙与镁混合标准溶液中，准确移取1mL溶液置于10mL具塞塑料容量瓶中，加入1mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。配制成浓度为100mg/L的混合标准中间液。

8.2 混合标准使用液的制备

用微量注射器从混合标准中间液中，分别移取0μL、50μL、100μL、200μL、500μL、1000μL溶液置于10mL具塞塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。配制成浓度分别为：0mg/L、0.5mg/L、1mg/L、2mg/L、5mg/L、10mg/L的系列混合标准使用液。

注：在测试线性范围内，可配制其他适当浓度的系列混合标准使用液。

8.3 绘制标准工作曲线

用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定混合标准使用液中钾、钙、钠、镁元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标，元素浓度(μg/mL)为横坐标，绘制各元素的工作曲线。要求工作曲线的相关系数大于0.999。

8.4 试液中钾、钙、钠、镁含量的测定

测定试剂空白溶液和试液中钾、钙、钠、镁元素的光谱强度。从工作曲线上计算出各元素的浓度。如果试液中被测元素的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应对试液进行适当稀释后再测定，或者增加工作曲线的线性范围。

9 结果计算

9.1 被测元素含量

样品中的钾、钙、钠、镁含量按式(1)计算：

$$\omega_i = \frac{(C_i - C_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω_i ——样品中的被测元素含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- C_i ——试液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
- C_0 ——试剂空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

f ——试液的稀释倍数，无量纲；

m ——样品的质量，单位为克（g）。

以两次平行试验的算术平均值表示测定结果。当含量大于等于1 mg/kg，保留整数；当含量小于1 mg/kg，保留一位小数。

9.2 总含量

碱金属与碱土金属总含量，是上述各被测元素含量之和，保留整数。

10 试验报告

试验报告包括：

- a) 所使用的标准（包括发布年号）；
- b) 样品的名称和规格等资料；
- c) 试验参数和工作条件；
- d) 样品的测定结果；
- e) 经协商后对试验步骤的修改提示及其它与本标准不一致的部分；
- f) 观察到的异常现象；
- g) 试验人员和日期。

附录 A
(资料性)
ICP-OES 参考工作条件

A.1 由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出光谱分析的普遍参数。采用表 A.1 推荐的工作参数，已被证明对测试是合适的。

注1：不同型号仪器根据实际情况而定，上述仪器参数和工作条件仅供参考。

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪推荐工作参数

工作参数	射频功率 (W)	1400
	射频频率 (MHz)	27.12
	雾化气流量 (L/min)	0.8
	辅助气流量 (L/min)	0.8
	观测角度	垂直
	观测高度 (mm)	8
	分析泵速 (Rpm)	30

A.2 钾、钠、钙、镁元素测定的波长，推荐如表 A.2。

注2：使用单位应根据不同仪器，对各元素的分析波长进行优化。

表 A.2 测定钾、钠、钙、镁的波长

	钾	钠	钙	镁
波长 /nm	766.491	589.592	317.933	279.553