

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 075—XXXX
代替 YB/T 075 -1995

碳纤维及其制品碳、氢元素分析方法

Determination of carbon and hydrogen content for carbon fiber and its products

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

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。

本文件代替YB/T 075-1995《碳纤维及其制品碳、氢元素分析方法》，与YB/T 075-1995相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

本文件此次修订对下列主要技术内容进行了修改：

- a) 修改了术语和定义（见第3章，1995版的第3章）；
- b) 增加了方法原理（见第4章）；
- c) 修改了试剂和材料（见第5章，1995版的4.3）；
- d) 修改了仪器及设备（见第9章，1995版的5.1）；
- e) 修改了分析步骤中的燃烧时间（见10.1、10.2，1995版的5.2.1、5.2.2）；
- f) 修改了计算公式（见第11章，1995版的5.3）；
- g) 增加了试验报告（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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：吉林市神舟碳纤维有限责任公司、黄石市产品质量监督检验所、冶金工业信息标准研究院、郴州市产商品质量监督检验所、鞍山市科翔仪器仪表有限公司、内蒙古中科四维热管理材料有限公司。

本文件主要起草人：王玉、王静、王晓远、郑景须、陈胜、涂莉娟、崔丹、李建新、包婷婷、连婕、文陈。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——YB/T 075-1995

碳纤维及其制品碳、氢元素分析方法

1 范围

本文件规定了碳纤维及其制品碳、氢元素分析的试剂和材料、仪器及设备、试验条件、试验装置、试验步骤、计算结果和试验报告等事项。

本文件适用于碳纤维、石墨纤维及炭布（带）、炭毡等制品的碳、氢元素分析。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将一定质量的试样在高温催化条件下进行加热，按照损失元素质量与试样质量的比例计算对应元素含量。

5 试剂和材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

5.1 无水乙醇。

5.2 浓硫酸。

5.3 硝酸银。

5.4 氧化镁。

5.5 盐酸，1+1。

5.6 氢氧化钠溶液：400g/L。

- 5.7 钨酸钠($\geq 99\%$)。
- 5.8 无水氯化钙($\geq 96\%$)。
- 5.9 四氧化三钴：粒度为 0.42mm~0.84mm。
- 5.10 无水高氯酸镁($\geq 80\%$)：粒度为 0.84mm~2.0mm。
- 5.11 重铬酸钾-浓硫酸溶液：取 0.4g 重铬酸钾溶于 10mL 浓硫酸中。
- 5.12 钨酸银

将35g硝酸银（见5.5）溶于150mL水中制成硝酸银溶液；将33g钨酸钠（见5.7）溶于1000mL水中制成钨酸钠溶液。在搅拌下缓缓将硝酸银溶液加入钨酸钠溶液中，立即出现松散的絮状沉淀物，继续滴加硝酸银溶液，直到不再产生沉淀为止。将此沉淀物煮沸10min，此时沉淀物由黄色变成白色。用约300mL热蒸馏水以倾泻法洗涤数次，然后在孔径为 $3\mu\text{m}\sim 4\mu\text{m}$ 的玻璃砂芯漏斗中抽滤，再用蒸馏水洗涤，直至滤液中不含银离子为止。最后用少量无水乙醇（见5.1）洗涤三次，然后将产物放在烘箱内于 105°C 温度下干燥3h，获得微灰色粉状产物，此物受光变色，但不影响催化性能。

5.13 钨酸银/氧化镁

将钨酸银（5.12）和氧化镁固体按质量比2:3的比例放在研钵中充分研细混匀，加入少量蒸馏水调成糊状，在磁板上涂平压紧，然后放入 120°C 烘箱中烘干（约2h~3h），冷却后小心击碎，取0.42mm~0.84mm颗粒，置高温炉内从室温升至 850°C ，灼烧4h，得到淡灰色颗粒，冷却后贮于干燥器中备用。

5.14 氮化物吸收剂

取0.171mm~0.42mm石英砂或硼硅酸盐玻璃砂，用盐酸（见5.5）浸洗1h，再用蒸馏水洗净，然后置于 120°C 烘箱内干燥约3h，取该石英砂或玻璃砂50g，放在带磨口塞的三角瓶中，用滴管取重铬酸钾-浓硫酸溶液（见5.11）滴在石英砂或玻璃砂上，每次滴4滴~5滴，摇匀，直到石英砂变成橙黄色，并开始附着瓶壁为止。

5.15 工业氧。

5.16 凡士林。

6 仪器及设备

- 6.1 分析天平：感量为 0.1mg。
- 6.2 氧气流量计：(0~70)mL/min。
- 6.3 鼓风干燥箱：具有自动调温装置，能保持温度在室温~ 200°C 。
- 6.4 干燥器：内装干燥剂（变色硅胶）。
- 6.5 铜丝（或银丝）卷：直径 0.5mm~1mm 的铜丝或银丝，制成直径 10mm，长 20mm 的铜丝（或银丝）卷，在高温炉中以 500°C 灼烧 1h，冷却备用。
- 6.6 烧碱石棉：粒度为 0.84mm~2.0mm；二氧化碳吸收量不低于 20%。
- 6.7 脱脂棉。

6.8 硅橡胶管。

6.9 硅橡胶塞。

6.10 秒表。

7 试验条件

试验环境条件：温度 $22^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ；空气相对湿度 $(30 \pm 10)\%$ 。在其他条件进行试验时，应确认 10.1 条的空白值试验结果稳定，方可进行测定。

8 试样制备

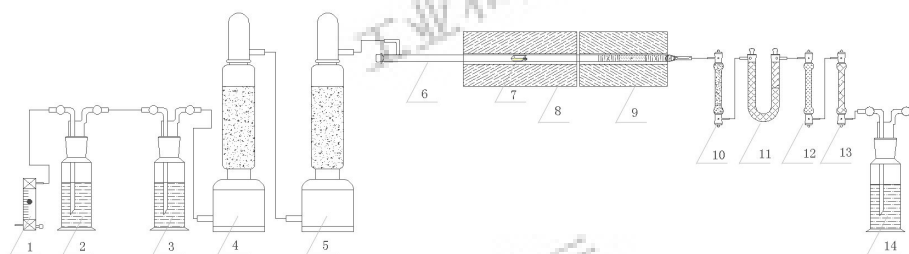
随机取碳纤维试样 $(2 \pm 0.5) \text{g}$ ，需要脱胶处理的试样采取相应的溶剂进行脱胶处理。将无胶试样放在 105°C 的烘箱中干燥，冷却后将试样切成 $2\text{mm} \sim 3\text{mm}$ 的碎屑，贮于干燥器中备用。

9 试验装置

9.1 总则

试验装置由氧气净化系统、燃烧系统和吸收系统三部分组成，如图 1 所示。试验装置管路和所有接口要具有良好的气密性，燃烧管进口端要用硅橡胶塞塞紧，出口端要用硅橡胶管与吸收管连接。

单位：mm



说明：

- 1——流量计；
- 2——氢氧化钠洗气瓶；
- 3——浓硫酸洗气瓶；
- 4——烧碱石棉干燥塔；
- 5——无水氯化钙干燥塔；
- 6——石英燃烧管；
- 7——石英舟；
- 8——移动电炉；
- 9——固定电炉；
- 10——水吸收管；
- 11——氮化物吸收管；
- 12——二氧化碳吸收管；
- 13——保护管；

14——气泡瓶。

图1 试验装置

9.2 氧气净化系统

用于除去氧气中的二氧化碳和水，以稳定二氧化碳和水吸收管的空白值。由两个气体洗瓶和两个干燥塔组成：气体洗瓶内分别装有氢氧化钠溶液（见 5.6）和浓硫酸（见 5.2）；干燥塔内分别装有烧碱石棉和无水氯化钙。净化剂经约 200 次测定后，应进行更换。

9.3 燃烧系统

燃烧系统由两节管式电炉和一根燃烧管组成。管式电炉为半开式，内孔径比燃烧管外大 3mm~5mm，温度可在室温~960℃范围内控制。其中一节电炉为固定式，用于加热催化剂，另一节电炉为移动式，用于燃烧试样。

燃烧管由石英玻璃制成，规格与试剂填充方法见图 2。试样放在石英舟中，石英舟规格见图 3。

燃烧管的填充：燃烧管出气端 H 层装铜丝（或银丝）卷（见 6.5），G 层装 40mm 四氧化三钴；F 层装 50mm 钨酸银/氧化镁，E 层装 40mm 四氧化三钴（见 5.9）；燃烧管进样端用硅橡胶塞封闭，出气端用硅橡胶管与吸收管相连。燃烧管填充好后，放在电炉内保持（850±5）℃，通氧气灼烧 1h，然后取出燃烧管轻轻敲击几下。催化氧化剂经 300 次左右测定后，应进行更换。

单位：mm

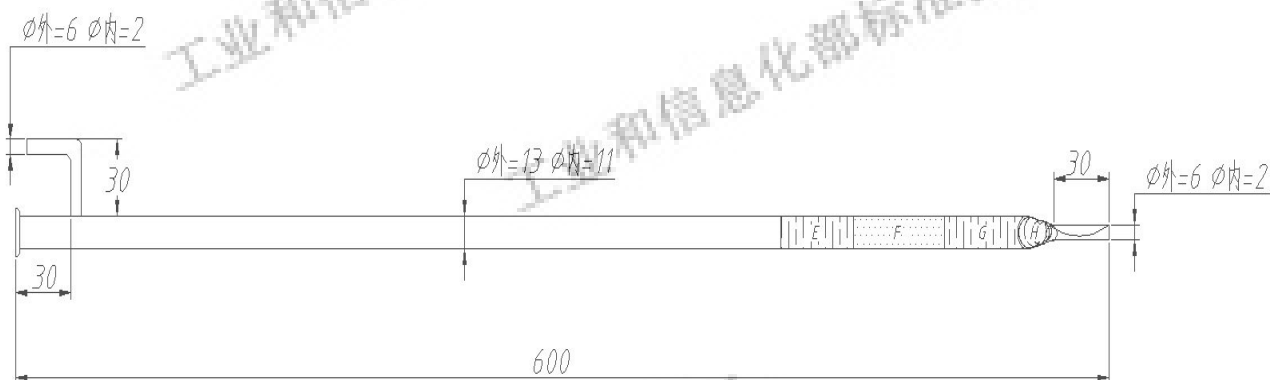


图2 燃烧管的规格与填充方法

单位：mm

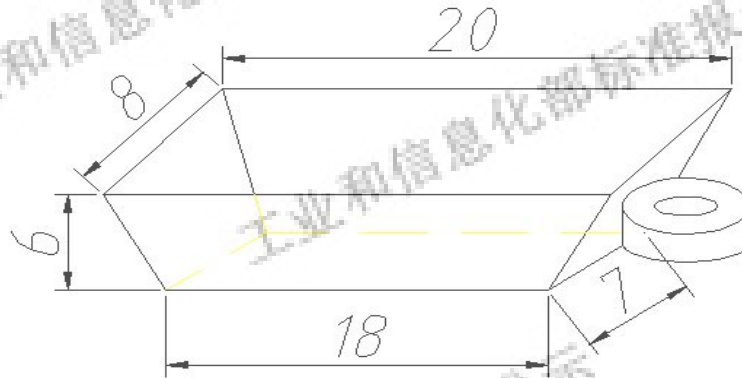


图3 石英舟规格

9.4 吸收系统

9.4.1 吸收系统由二氧化碳吸收管、氮化物吸收管和水吸收管三部分组成。二氧化碳吸收管的规格与试剂填充方法见图4；水吸收管的规格与试剂填充方法见图5；氮化物吸收管规格与试剂填充方法见图6。二氧化碳吸收管和水吸收管用于碳、氢元素分析；氮化物吸收管用于除去氮氧化物。

9.4.2 二氧化碳吸收管填充方法：先在吸收管尾端装入2mm脱脂棉，然后装入10mm~15mm无水高氯酸镁，再装烧碱石棉近磨口处，加少许脱脂棉，在磨口塞上擦少许凡士林后盖上磨口塞。烧碱石棉用到超过3/4时应进行更换。

单位：mm

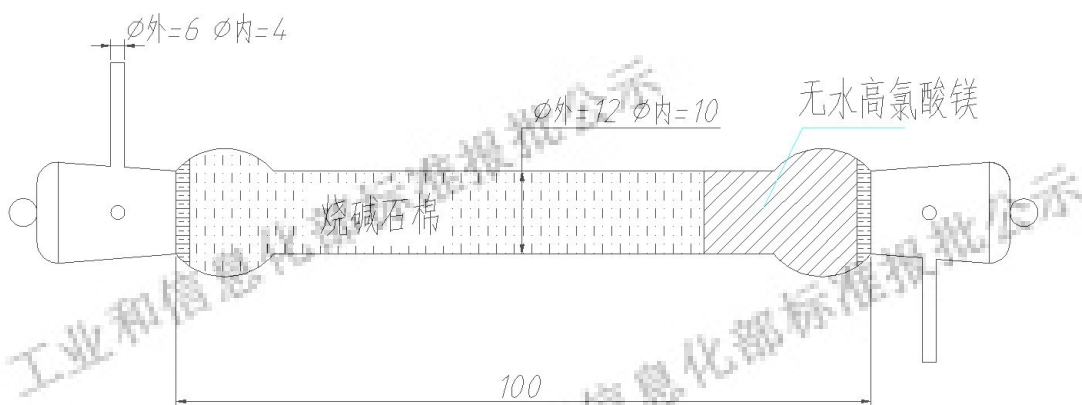


图4 二氧化碳吸收管的规格与填充方法

9.4.3 水吸收管填充方法：先在吸收管尾端装入2mm脱脂棉，然后装无水高氯酸镁近磨口处，加少许脱脂棉，在磨口塞上擦少许凡士林后盖上磨口塞。无水高氯酸镁用过50次左右时应进行更换。

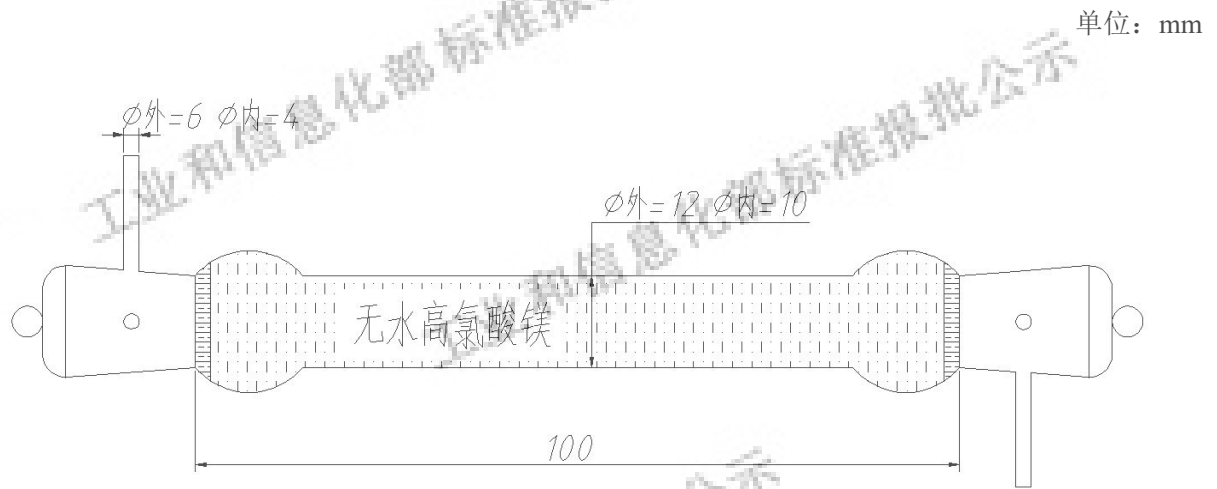
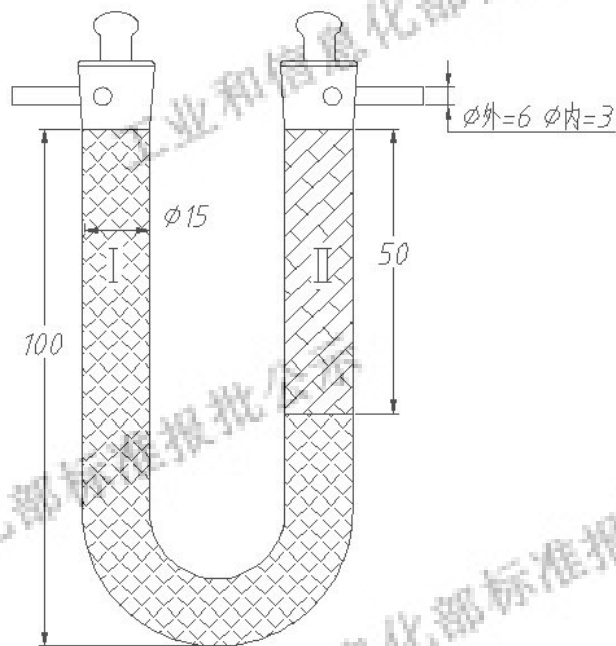


图5 水吸收管的规格与填充方法

9.4.4 氮化物吸收管规格与填充方法见图6。氮化物吸收管内的填充剂分析150次左右应进行更换。

单位：mm



I—重铬酸钾-石英砂；II—无水高氯酸镁

图6 氮化物吸收管规格与填充方法

9.4.5 保护管的填充方法，同9.4.3水吸收管填充方法进行。

10 试验步骤

10.1 空白试验

按图 1 连接好系统，接通电炉电源，使电炉温度稳定在 $(850 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，以 $10\text{mL}/\text{min} \sim 20\text{mL}/\text{min}$ 的流速向系统通入氧气。

通入氧气 1h 后，取下二氧化碳、水吸收管，分别称量并记录（每次称量前需用干燥洁净的绸布擦拭吸收管）。重新接好吸收管，将空石英舟推进燃烧管，置于移动电炉中央，塞紧硅橡胶塞。15min 后，取下二氧化碳吸收管、水吸收管，分别称量并记录为 K_C 、 K_H 。吸收管增量即为空白值。重复上述步骤，若连续两次空白值试验中，水吸收管增量不超过 0.2mg ，二氧化碳吸收管增量不超过 0.1mg ，则可进行分析。若空白值超出上述规定，但只要空白值稳定，也可以进行分析，此时应在计算当中减掉空白值。

10.2 试样分析

在石英舟中称取已制备好的试样 20mg ，迅速将装有试样的石英舟推入吸收管，置于移动电炉中央，塞紧硅橡胶塞。燃烧 15min 后，取下二氧化碳吸收管和水吸收管，擦拭干净后，分别称量并记录。

10.3 标准物质分析

为了检查测试系统是否可靠，可取标准物质蒽或萘进行碳、氢的测定。测定时，将移动电炉移至燃烧管入口端，试样不能太靠近固定电炉，应缓慢移炉，以防试样爆燃。如实测的碳、氢值与理论值相比，氢含量误差不超过 $\pm 0.2\%$ ，碳含量误差不超过 $\pm 0.3\%$ ，则表明测试系统可靠。否则应查明原因，纠正后再进行测定。

11 计算结果

11.1 试样中碳含量按 ω_C 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$\omega_C = 0.2729 \times \frac{G_2 - G_1 - K_C}{G_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

G_0 —— 试样的质量，单位为毫克（mg）；

K_C —— 空白值，单位为毫克（mg）；

G_1 —— 二氧化碳吸收管吸收前的质量，单位为毫克（mg）；

G_2 —— 二氧化碳吸收管吸收后的质量，单位为毫克（mg）。

11.2 试样中氢含量按 ω_H 计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$\omega_H = 0.1121 \times \frac{W_2 - W_1 - K_H}{G_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

G_0 —— 试样的质量，单位为毫克（mg）；

K_H —— 空白值，单位为毫克（mg）；

W_1 —— 水吸收管吸收前的质量，单位为毫克（mg）；

W_2 —— 水吸收管吸收后的质量，单位为毫克（mg）。

11.3 允许差

试验结果取两次试验的算术平均值，试验结果取四位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 规定进行。本方法碳、氢元素分析的最大允许差分别为：碳 0.5%；氢 0.25%。

12 试验报告

试验报告应至少包含下列信息：

- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；
- b) 执行标准（包括发布或出版年号）；
- c) 遵守本文件规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 本文件未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。

13 说明事项

涉及到仲裁分析时，应以本方法为准。用仪器分析时，应保证所采用仪器对萘和蒽的分析结果符合 10.3 的要求。