

ICP-AES测定碳毡中铝、钙、铁、钾、钠

ICP-010

摘要：样品经酸消解后直接用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)测定其中铝、钙、铁、钾、钠元素含量。本文通过对样品进行微波消解，在无需基体匹配的情况下，得到了准确的分析结果。RSD<1%(n=6)，检出限<6 μg/L。

关键词：ICP-AES 碳毡 铝 钙 铁 钾 钠

碳毡属于碳纤维类产品。碳纤维是一种纤维状碳材料，它是用一些含碳的有机纤维，如尼龙丝、腈纶丝等做原料，将这些有机纤维跟塑料树脂结合在一起，放在惰性气氛中，在一定的压强下加强热碳化而成。它具有导电性、强度大、密度小，是耐腐蚀、耐高温的新型材料。用碳纤维与塑料制成的复合材料，可以代替铝合金来制成推力大、噪音小、耗动力小的轻型飞机。为提高计算机的储存量和运算速度，可用碳纤维制成电子计算机的磁盘。用碳纤维制成的材料垫衬在火箭发动机的喷火口内，可以代替质量比它大得多的耐高温陶瓷材料。总之，用碳纤维或碳纤维增强的塑料、玻璃、陶瓷和金属等材料，具有优良的电学、热学和力学性能，用它们代替钢材和合金，在化工、机电、造船、飞机制造以及宇航器材等部分，都有着广泛的应用。根据应用领域不同，对碳纤维材料中金属元素含量用控制要求，因此准确测定元素含量对质量控制有重要意义。

实验部分

1.1 仪器及工作条件

装置：ICPE-9000
 高频频率：27.12 MHz
 高频输出功率：1.2 kW
 冷却气：Ar, 10 L/min
 等离子气：Ar, 0.6 L/min
 载气：Ar, 0.7 L/min
 样品吸入量：1.0 mL/min
 观测方向：轴向
 进样：同心雾化器

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿有玻璃制品和微波消解罐；实验所用酸均为BTV-Ⅲ级试剂，工作曲线用标准溶液为国家标准物质中心所制，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

称取样品0.05 g于微波消解罐中，加入6 mL浓硝酸和2 mL双氧水进行微波消解。升温程序如下。消解完毕，冷却，用纯净水定容至20 mL。

表1 微波升温程序

功率W	温度℃	升温方式	时间min
500	80	RAMP	5
500	120	RAMP	5
800	160	RAMP	5
1000	200	RAMP	5
1000	215	RAMP	5
1000	215	STEP	20

1.4 工作曲线

配制工作曲线系列，并控制酸度30%。

表2 工作曲线(μg/mL)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4
Al	0	0.4	1.6	4.0
Ca	0	0.4	1.6	4.0
Fe	0	0.4	1.6	4.0
K	0	0.4	1.6	4.0
Na	0	0.1	0.5	1.0

结果与讨论

2.1 分析线的选择

碳毡为有机样品，消解后基本没有基体干扰，为避免稀释带来误差，选择灵敏度适中的谱线作为分析线。

表3 分析线

元素	波长(nm)
Al	396.153
Ca	317.993
Fe	259.940
K	766.490
Na	588.995

2.2 精密度试验

平行称取6个试样，按实验方法及测定条件进行检测，并计算6次检测结果的相对标准偏差。

表4 相对标准偏差(n=6)

元素	1#样品 测定值 mg/L	RSD %	4#样品 测定值 mg/L	RSD %
Al	0.53	0.36	0.14	0.32
Ca	2.66	0.38	0.66	0.25
Fe	1.14	0.50	0.07	0.57
K	0.96	0.78	ND	-
Na	2.54	0.64	0.07	0.73

2.3 检出限

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差(SD)，检出限按 $DL=3 \times SD$ 计算，结果见表5。

表5 溶液检出限

元素	检出限($\mu\text{g/L}$)
Al	6
Ca	1.0
Fe	1.1
K	5.9
Na	5.1

2.4 结果对照

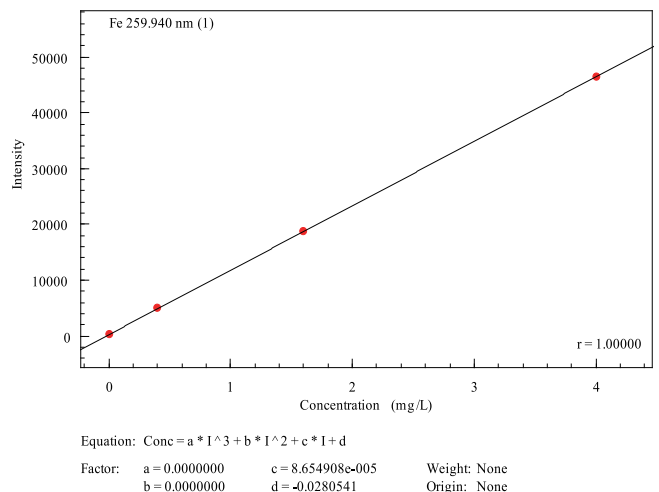
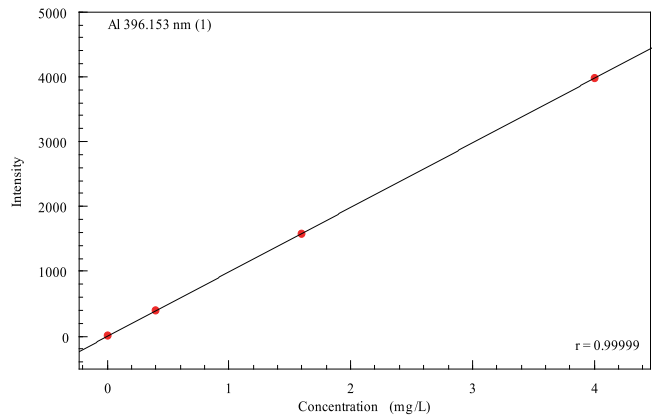
按本方法试验测定结果与标准值相符。

表6 结果对照

元素	1#含量	标准值	4#含量	标准值
Al	211	215	57	59
Ca	1065	1080	266	260
Fe	455	450	28	27
K	382	375	<8	-
Na	1015	1000	29	28

结论

本方法可以准确测定碳毡及碳纤维类样品含量，为质量控制提供可靠依据。



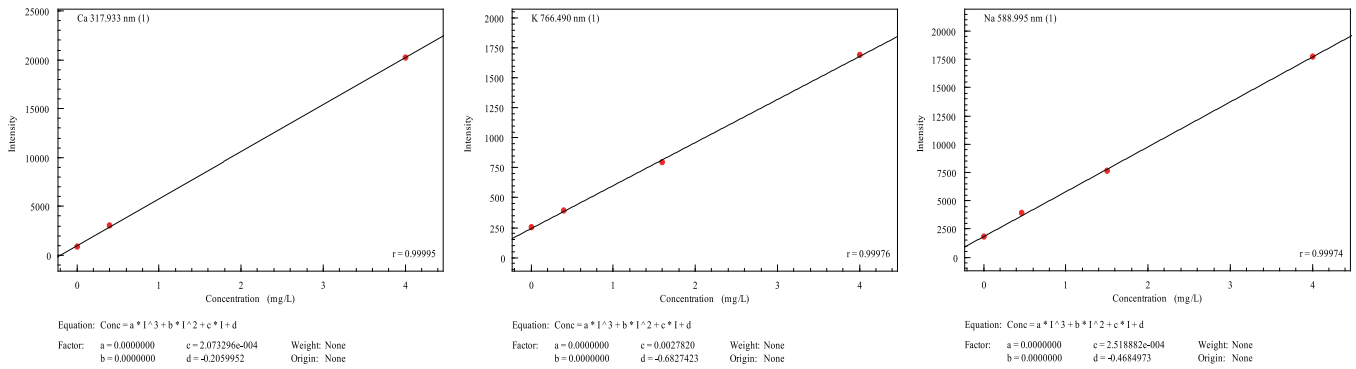


图1 工作曲线图

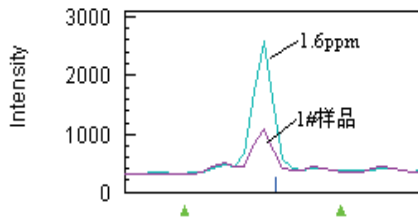
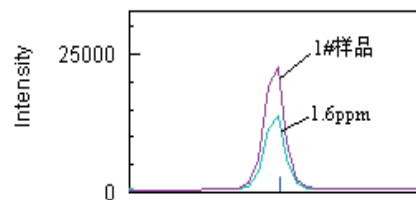
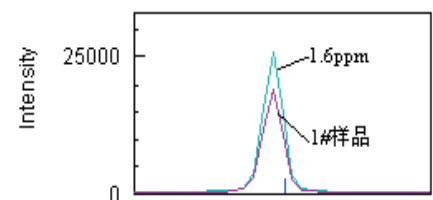
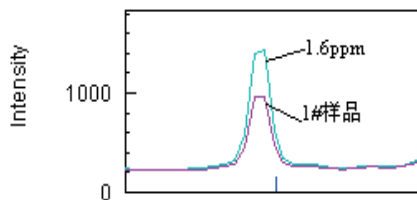
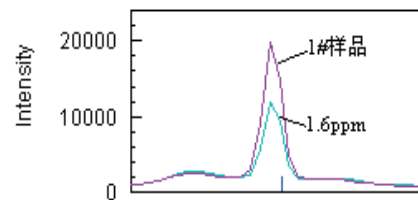
 Al 396.153
 Cond 1

 Ca 317.933 Best
 Cond 1

 Fe 259.940
 Cond 1

 K 766.490 Best
 Cond 1

 Na 588.995 Best
 Cond 1


图2 谱线轮廓图