

# ICP-OES 测定碳纤维中元素含量

## ICP-157

**摘要：**参考建材标准《JC/T 2336-2015 碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量的测定》，利用马弗炉 700℃ 高温灰化 - 岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 分析了碳纤维中元素含量。分析结果显示，该方法各元素检出限为 0.10~1.50 mg/kg，相对标准偏差 (RSD) 0.30%~1.61%，重复性良好，样品加标回收率为 98.0~111%，该方法适用于碳纤维中元素含量测定。

**关键词：**ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱法 碳纤维 碱金属 碱土金属

碳纤维 (Carbon Fiber) 是一种高强度和高模量的耐高温纤维，是特种纤维的主要品种之一。碳纤维主要由碳原子构成，具有耐高温、耐腐蚀、抗摩擦以及导电、导热和热膨胀系数小等特性，刚度和拉伸强度高，密度小重量轻，在航空航天工程、汽车行业、土木工程等具有广泛应用前景。碳纤维通常还与其他材料结合以形成复合材料，如与石墨材料复合形成耐高温碳 - 碳复合材料。

碳纤维根据性质可分为高强型、通用型、高模型和高强高模型等，其主要通过有机前驱体热解来获取，碳纤维的前体主要有聚丙烯腈 (PAN)、人造纤维和

沥青等。金属离子对碳纤维结构与性能有重要的影响，在碳纤维中主要以层间化合物的形式存在，会改变纤维预氧化过程，金属离子夹杂会降低碳纤维的抗氧化能力，高纯碳纤维生产需要控制碱金属、碱土金属和过渡金属含量，杂质缺陷最小化。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 具有测定元素范围广、线性范围宽、精密度高、多元素测定等优点，已广泛应用于环境、地质、工业等行业的元素分析。

本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICPE-9820) 分析碳纤维中杂质元素含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪，马弗炉等。

### 1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

准确称取约 0.5000 g 样品于石英坩埚中，放入马弗炉中低温升至 700℃，灼烧至坩埚内无黑色物质，冷却取出。用少量水润湿，加入 (1+1) 盐酸 4 mL，煮沸、冷却，转移定容至 25 mL，摇匀过 0.45 μm 滤膜待测；若灼烧后样品加酸煮沸后有白色絮状物质，可转移至聚四氟乙烯烧杯中加入 0.5 mL 高氯酸和 2 mL 氢氟酸，加热至高氯酸白烟冒尽。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

使用 5% 盐酸稀释混合标准溶液，配制浓度 0、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L 标准序列，曲线图见 图 1~ 图 5。

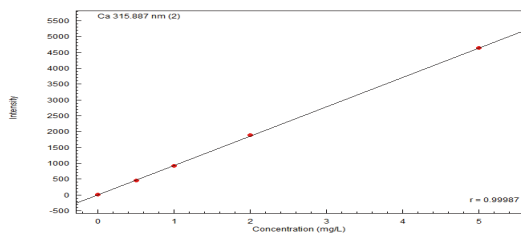


图 1 钙 (Ca) 标准曲线  $r=0.9998$

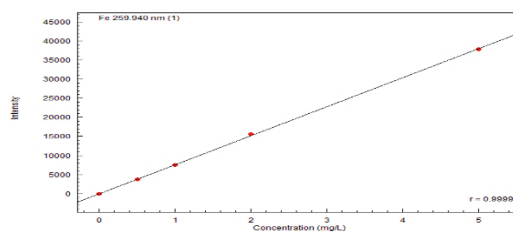


图 2 铁 (Fe) 标准曲线  $r=0.9999$

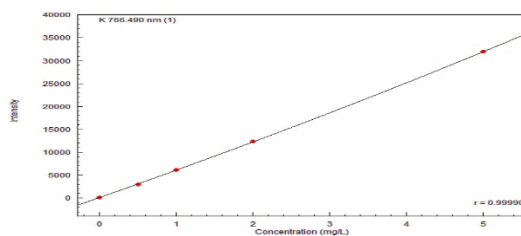


图 3 钾 (K) 标准曲线  $r=0.9999$

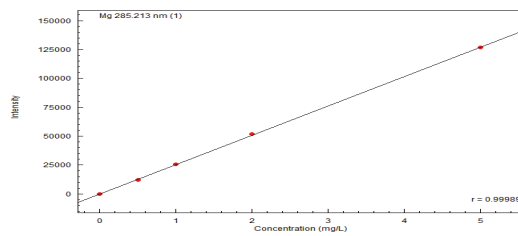


图 4 镁 (Mg) 标准曲线  $r=0.9998$

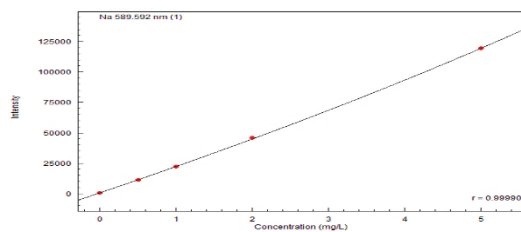


图 5 钠 (Na) 标准曲线  $r=0.9999$

以样品空白溶液连续测定 7 次，计算检出限，按照称量 0.5 g 定容至 25 mL 计算得到该方法的检出限 (MDL)，各元素检出限为 0.10~1.50 mg/kg，详细结果见表 2。

表 2 方法检出限

元素	波长	观测方向	方法检出限 (mg/kg)
Ca	315.887	轴向	1.50
Fe	259.940	轴向	0.10
K	766.490	轴向	1.00
Mg	285.213	轴向	0.15
Na	589.592	轴向	0.20

备注：双向观测时可根据不同类型样品实际浓度选择径向或轴向观测结果等。

### 3.2 样品结果

将处理后的样品进样测定，测定结果见表 3，相对标准偏差（RSD）0.30%~1.61%，各元素重复性良好，加标回收率为 98.0~111%。

表 3 样品测试结果

元素	测试值 (mg/L)	RSD (%, n=3)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标结果 (mg/L)	回收率 (%)
Ca	1.02	1.42	53.5	1.0	2.13	111
Fe	1.15	0.34	60.3	1.0	2.13	98.0
K	0.70	1.61	36.7	1.0	1.76	106
Mg	0.09	0.30	4.72	1.0	1.10	101
Na	0.28	1.20	14.7	1.0	1.35	107

### ■ 结论

使用马弗炉高温灰化 - 岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪分析了碳纤维中元素含量，该方法灵敏度高，抗基体能力强，精密度高，一次进样多元素同步分析，工作效率高。ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效降低样品残留和防止炬管积碳积盐，可以实现轴向和径向观测，实现样品高低含量一次测定；ICPEsolution 操作软件在测试结束后可后添加元素及波长，自动推荐最佳波长功能，缩短数据处理时间，提高测试效率和分析结果的准确性。

岛津应用云

