

ICS 59.100.20
Q 36
备案号:51006—2015

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2336—2015

碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量 的测定

Determination of silicon,potassium,sodium,calcium,magnesium and iron content
in carbon fiber

2015-07-14 发布

2016-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国玻璃纤维标准化技术委员会(SAC/TC 245)归口。

本标准起草单位：南京玻璃纤维研究设计院有限公司、国家玻璃纤维产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨勇、王玉梅、陈尚、李勇、廖兵、李志鹏、周琴、王玲。

本标准为首次发布。

碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量

警告——本标准中凡使用盐酸、氢氟酸等挥发性强酸时，应在通风橱内进行。凡使用氢氟酸、高氯酸等强腐蚀性酸时应戴塑胶手套。标准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，并保证符合国家相关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量测定方法。

本标准适用于丝束、长丝、短纤维、机织物、编织物等碳纤维制品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6819 溶解乙炔

GB/T 1914 化学分析滤纸

GB/T 4842 氩

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 29761 碳纤维 浸润剂含量的测定

3 通则

3.1 仪器

干燥试样用电热烘箱；灼烧试样用箱式电阻炉；精确称量用万分之一分析天平；玻璃仪器除滴定管外均应采用石英玻璃；原子吸收分光光度法(以下简称 AAS 法)用原子吸收光谱仪；电感耦合等离子体发射光谱法(以下简称 ICP 法)用电感耦合等离子体发射光谱仪。上述仪器设备应定期校准，以满足测试要求。

3.2 试剂和水

AAS 法、ICP 法测定用试剂为优级纯或优于优级纯；用于标准溶液的试剂为基准试剂或纯度不小于 99.99%；其余所用试剂为分析纯或优于分析纯。

分解试样的氢氟酸和盐酸必须经亚沸蒸馏纯化处理。

试验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

3.3 空白试验

采用相同的试验步骤和同一瓶试剂进行空白试验。

3.4 试验次数

每项试验平行测定两次，用算术平均值表示测定结果。

3.5 结果表示

计算结果保留到小数点后两位；当计算结果小于 0.10% 时，保留两位有效数字。

4 试样制备

按照 GB/T 29761 的规定除去碳纤维样品中的浸润剂后，用蒸馏水清洗 2 次~3 次，于 105℃~110℃ 烘干。

将烘干的碳纤维样品冷却至室温后，剪成长度小于 2 mm 的小段或用玛瑙研钵研磨至 2 mm 以下，不少于 20 g，混匀。将粉碎的样品放入称量瓶中，于 105℃~110℃ 烘箱中干燥至质量恒定，置于干燥器中冷却备用。

5 硅的测定

5.1 氟硅酸钾容量法

5.1.1 方法概述

本方法适用于硅含量不小于 0.30% 的碳纤维的测定。

称取一定量的试样，置于马弗炉中灰化完全后，经氢氧化钾熔融，加入硝酸生成游离硅酸，与过量的钾、氟离子作用，生成氟硅酸钾沉淀。沉淀经分离、中和后，在热水中水解，生成氢氟酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定，计算硅的含量。

5.1.2 试剂

本方法所用试剂如下：

- a) 氢氧化钾，固体；
- b) 邻苯二甲酸氢钾，固体；
- c) 氯化钾，固体；
- d) 乙醇，95%；
- e) 硝酸， $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ；
- f) 硝酸，1+1；
- g) 50 g/L 氯化钾溶液，50 g 氯化钾溶于 100 mL 的水中，定容至 1 L，摇匀；
- h) 50 g/L 氯化钾乙醇溶液，50 g 氯化钾溶于 500 mL 水中，加入 500 mL 乙醇，摇匀；
- i) 150 g/L 氟化钾溶液，15 g 氟化钾置于塑料杯中，加入 80 mL 水和 20 mL 硝酸[5.1.2 e)]使其溶解，加氯化钾至饱和，静置过夜，过滤到塑料瓶中；
- j) 10 g/L 酚酞指示剂；
- k) 氢氧化钠标准滴定溶液， $c(\text{NaOH})\approx 0.05\text{ mol/L}$ ；

配制：称取 10 g 氢氧化钠置于 500 mL 塑料杯中，加入 500 mL~600 mL 水溶解，移入 5 L 塑料瓶中，稀释至 5 L，摇匀。加入 2.5 g~3 g 氯化钡，摇匀。放置 3 h 后再加入 2 g~3 g 硫酸钠，摇匀，瓶盖装上钠石灰管，静置过夜，待标定。

标定:称取约 0.3 g(精确至 0.000 1 g)预先经 105℃~110℃干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾,置于 300 mL 烧杯中,加入 150 mL 经煮沸,冷却、中和过的水,搅拌使其溶解,加入 15 滴酚酞指示剂,用已配制好的氢氧化钠溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 $c(\text{NaOH})$ 按公式(1)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{V M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V ——减去空白试验后的标定用氢氧化钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.22$]。

计算结果保留到小数点后四位。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于镍坩埚中。放入马弗炉中由低温逐渐升温至(700±20)℃,灼烧至坩埚内无黑色物质,取出,冷却。加入 2 g 氢氧化钾,盖上坩埚盖并稍留缝隙,置低温电炉上熔融,摇动坩埚,继续升高温度熔融 15 min。旋转坩埚,使熔融物均匀地附着于坩埚内壁,冷却。

5.1.3.2 用热水浸取熔融物于 300 mL 塑料杯中,盖上表面皿,一次加入 15 mL 硝酸[5.1.2 e)],再用少量硝酸[5.1.2 f)]和热水洗净坩埚及其盖,控制溶液体积在 60 mL 左右,冷却至室温(10℃~20℃)。

5.1.3.3 在搅拌下加入氯化钾至过饱和,加入 10 mL 氟化钾溶液,搅拌,放置 7 min~10 min。用塑料(或涂蜡的玻璃)漏斗以快速定性滤纸过滤,用氯化钾溶液洗涤塑料杯 2 次~3 次,再洗涤滤纸 2 次。

5.1.3.4 将滤纸和沉淀置于原塑料杯中,加入 10 mL 氯化钾乙醇溶液及 1 mL 酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液[5.1.2 k)]中和残余酸,仔细搅拌滤纸,擦洗杯壁,直至试液呈现微红色不消失。加入约 250 mL 中和过的沸水,立即以氢氧化钠标准滴定溶液[5.1.2 k)]滴定至微红色为终点。

5.1.4 结果计算

$\omega(\text{Si})$ 按公式(2)计算:

$$\omega(\text{Si}) = \frac{c \times V \times 7.02 \times 100}{m \times 1000} = \frac{c \times V \times 0.702}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\omega(\text{Si})$ ——碳纤维中硅的质量分数, %;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的标定浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——减去空白试验后的滴定用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

7.02——四分之一硅的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.2 硅钼蓝分光光度法

5.2.1 方法概述

本方法适用于硅含量在 0.005%~0.30% 的碳纤维的测定。

称取一定量的试样,置于马弗炉中灰化完全后,用碳酸钠-硼酸混合溶剂熔融,再用盐酸溶解,溶液中的硅用硅钼蓝分光光度法测定,计算硅的含量。

5.2.2 试剂

本方法所用试剂如下：

- a) 碳酸钠-硼酸混合溶剂，将两份碳酸钠和一份硼酸研磨，混匀；
- b) 乙醇，95%；
- c) 盐酸， $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ；
- d) 盐酸，1+1；
- e) 100 g/L 氢氧化钠溶液，贮于塑料瓶中；
- f) 20 g/L 硼酸溶液，贮于塑料瓶中；
- g) 80 g/L 钼酸铵溶液，过滤后贮于塑料瓶中；
- h) 20 g/L 氟化钾溶液，贮于塑料瓶中；
- i) 20 g/L 抗坏血酸溶液，用时现配；
- j) 0.1 mg/mL 硅标准溶液，称取 $(0.2139 \pm 0.0001)\text{g}$ 预先经 1000°C 灼烧 1 h 的高纯石英(99.99%)于已用 1.5 g 无水碳酸钠铺底的铂坩埚中，混匀，再加入 0.5 g 无水碳酸钠铺在表面，盖上坩埚盖。先低温加热，逐渐升高温度至 1000°C ，得到透明熔体，继续熔融 3 min~5 min，冷却。用热水浸取熔块于 300 mL 塑料杯中，加入 150 mL 热水，搅拌使其溶解，澄清，冷却。移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀后立刻转移到塑料瓶中贮存；
- k) 对硝基酚指示剂，5 g/L 乙醇溶液。

5.2.3 硅工作曲线的绘制

于一组 100 mL 塑料杯中，分别加入 (0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00) mL 硅标准溶液，加水稀释至 25 mL，加入 5.0 mL 氟化钾溶液，摇动，放置 5 min。加入 10.0 mL 硼酸溶液，摇动，放置 5 min。加入 2.0 mL 盐酸[5.2.2 d)]，加入 8 mL 乙醇和 5.0 mL 钼酸铵溶液，摇动，于 $20^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 避光放置 15 min。加入 15 mL 盐酸[5.2.2 d)]，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 抗坏血酸溶液，稀释至标线，摇匀。1 h 后，在分光光度计波长 700 nm 处，用 10 mm 吸收池，以试剂空白为参比，分别测定上述溶液的吸光度，按吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 称取约 1 g 试样，精确至 0.0001 g，置于铂坩埚中，放入马弗炉中由低温逐渐升温至 $(700 \pm 20)^\circ\text{C}$ ，灼烧至铂金坩埚中无黑色物质，取出，冷却。加入 3 g 碳酸钠，混匀，盖上坩埚盖。先低温加热，逐渐升高温度至 1000°C ，熔融至透明状态，继续熔融 15 min，旋转坩埚，使熔融物均匀地附在坩埚内壁，冷却。

5.2.4.2 将坩埚放入已有 10 mL 热水的烧杯中浸取 10 min。盖上表面皿，加入 10 mL 盐酸[5.2.2 d)] 溶解熔块，用少量的盐酸[5.2.2 d)]及热水洗净坩埚，控制溶液的体积在 40 mL 左右，加热，煮沸，冷却。转移至 100 mL 塑料杯中，加入 2 滴对硝基酚指示剂，滴加氢氧化钠溶液[5.2.2 e)]至试液刚变黄，加入 2.0 mL 盐酸[5.2.2 d)]，摇动，加入 5.0 mL 氟化钾，摇动，放置 5 min。加入 10.0 mL 硼酸溶液，加入 8 mL 乙醇和 5.0 mL 钼酸铵溶液，摇动，于 $20^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 避光放置 15 min。

5.2.4.3 加入 15 mL 盐酸[5.2.2 d)]，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 抗坏血酸溶液，稀释至标线，摇匀，此为试液 A。当硅含量不大于 0.03% 时，直接测定吸光度。当硅含量超过 0.03% 时，按照其含量对试液 A 进行稀释，使稀释溶液的浓度不超出标准系列溶液浓度的范围。

5.2.4.4 1 h 后，在分光光度计波长 700 nm 处，用 10 mm 吸收池，以试剂空白为参比，从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试料比色溶液中硅的浓度。

5.2.5 结果计算

$\omega(\text{Si})$ 按公式(3)计算:

$$\omega(\text{Si}) = \frac{c \times V_2 \times 100}{m \times V_1 / V \times 10^6} = \frac{c \times V_2 \times V}{m \times V_1 \times 10^4} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\omega(\text{Si})$ ——碳纤维中硅的质量分数, %;

c ——所测试液中减去空白试验后硅的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样的质量, 单位为克(g);

V ——试液的总体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——所测试液的体积, 单位为毫升(mL)。

6 钾、钠、钙、镁和铁的测定

6.1 AAS 法测定钾、钠、铁

6.1.1 方法概述

称取一定量的试样, 置于马弗炉中灰化后, 经高氯酸和氢氟酸分解, 加入一定量的盐酸, 用 AAS 测定, 计算出碳纤维中钾、钠和铁含量。

6.1.2 试剂

本方法所用试剂如下:

- a) 盐酸, $\rho=1.19 \text{ g/mL}$;
- b) 高氯酸, 70%;
- c) 氢氟酸, 40%;
- d) 盐酸, 1+1;
- e) 1 mg/mL 钾标准储备溶液, 称取 $(1.9068 \pm 0.0001) \text{ g}$ 预先经过 $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧 30 min 的氯化钾基准试剂溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中;
- f) 1 mg/mL 钠标准储备溶液, 称取 $(2.5421 \pm 0.0001) \text{ g}$ 预先经过 $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧 30 min 的氯化钠基准试剂溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中;
- g) 1 mg/mL 铁标准储备溶液, 称取 $(1.4297 \pm 0.0001) \text{ g}$ 预先经 400°C 灼烧 30 min 的三氧化二铁基准试剂于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 盐酸[6.1.2 d)]和 100 mL 水, 加热溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中;
- h) 钾、钠和铁混合标准溶液, 取 25.00 mL 钾、钠和铁标准储备溶液于 250 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中。此溶液中钾、钠和铁的浓度均为 0.1 mg/mL;
- i) 钾、钠和铁混合工作曲线系列溶液, 分别取钾、钠和铁混合标准溶液(0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00) mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10.0 mL 盐酸[6.1.2 d)], 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中。此溶液钾、钠和铁的浓度分别为(0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00) $\mu\text{g/mL}$;
- j) 乙炔气, 应符合 GB 6819 的规定;
- k) 定量慢速滤纸, 应符合 GB/T 1914 中优等品的要求。

6.1.3 分析步骤

6.1.3.1 称取约 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,至于石英坩埚中,放入马弗炉中由低温逐渐升温至 $(700 \pm 20)^\circ\text{C}$,灼烧至坩埚内无黑色物质,取出,冷却。用少量水润湿,加入 5.0 mL 的盐酸[6.1.2 d)],搅拌、煮沸、冷却。

6.1.3.2 如果溶液澄清,无肉眼可见白色絮状物,则直接转移至已加入 5.0 mL 的盐酸[6.1.2 d)]的 100 mL 容量瓶中,定容;如果溶液中有白色絮状物质,则用定量慢速滤纸倾泻过滤,滤液承接于 100 mL 石英容量瓶中。将滤纸及其表面的沉淀移入铂金坩埚中,置电炉上烘干,升高温度使滤纸充分灰化。用少量水润湿,加入 0.5 mL 高氯酸和 2 mL 氢氟酸,于低温电炉加热分解,升高温度蒸发至高氯酸白烟冒尽。冷却后,加入 5.0 mL 盐酸[6.1.2. d)]和 10 mL 水,加热至溶液澄清,冷却至室温。再移入原来承接滤液的 100 mL 容量瓶,稀释至标线,摇匀,此溶液为试液(B)。试液 B 供 AAS 法测定碳纤维中的钾、钠和铁含量,以及 ICP 法测定碳纤维中的钾、钠、钙、镁和铁含量。随同试样做空白试验。

6.1.3.3 当钾、钠或铁含量小于 0.015% 时,直接取试液 B 进行测定。当钾、钠或铁含量超过 0.015% 时,按钾、钠和铁含量对试液 B 进行稀释,使稀释溶液的浓度不超出标准系列溶液浓度的范围。

6.1.3.4 仪器预热 20 min 后,调节至最佳工作状态,用空气-乙炔火焰,钾空心阴极灯,在波长 766.5 nm 处;钠空心阴极灯,在波长 589.0 nm 处;铁空心阴极灯,在波长 248.3 nm 处,用水调零,先测定工作曲线系列溶液的吸光度,再测定试液的吸光度。按校正的吸光度(即减去试剂空白的吸光度)与工作曲线系列溶液浓度的关系绘制工作曲线。从所测试液的吸光度中减去空白试验的吸光度,在工作曲线上查得所测试液的浓度。

6.1.4 结果计算

钾(K)的质量分数 $\omega(\text{K})$ 、钠(Na)的质量分数 $\omega(\text{Na})$ 和铁(Fe)的质量分数 $\omega(\text{Fe})$ 按公式(4)计算,数值以%表示:

$$\omega(\text{K})、\omega(\text{Na}) \text{ 或 } \omega(\text{Fe}) = \frac{c \times V_2 \times 100}{m \times V_1 / V \times 10^6} = \frac{c \times V_2 \times V}{m \times V_1 \times 10^4} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——所测试液中减去空白试验后的钾、钠或铁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——所测试液的体积,单位为毫升(mL)。

6.2 AAS 法测定钙和镁

6.2.1 方法概述

称取一定量的试样,至于马弗炉中灰化,经高氯酸和氢氟酸分解后,加入一定量的盐酸,再加入氯化锶作为抑制干扰剂,用 AAS 测定,计算出碳纤维中钙和镁含量。

6.2.2 试剂

本方法所用试剂如下:

- a) 200 g/L 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液,称取 500 g 氯化锶固体,加入 700 mL 的水,煮沸,过滤,将沉淀烘干,称取该沉淀 200 g,加入 1 000 mL 的水,煮沸,冷却,贮于塑料瓶中;

- b) 1 mg/mL 钙标准储备溶液, 称取 (2.4973 ± 0.0001) g 预先经 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的基准碳酸钙, 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水, 逐滴加 20 mL 盐酸[6.1.2 d)], 溶解后, 加热至微沸, 驱尽二氧化碳, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中;
- c) 1 mg/mL 镁标准储备溶液, 称取 (1.6583 ± 0.0001) g 预先经过 950°C 灼烧至质量恒定的基准氧化镁, 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水和 20 mL 盐酸[6.1.2 d)], 加热溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中;
- d) 钙和镁混合标准溶液, 取 25.00 mL 钙标准储备溶液和 25.00 mL 镁标准储备溶液于 250 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中。此溶液钙和镁的浓度均为 0.1 mg/mL;
- e) 钙和镁混合工作曲线系列溶液, 取钙和镁混合标准溶液(0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00) mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10.0 mL 盐酸[6.1.2 d)]和 5.0 mL 氯化锶溶液, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中。此溶液钙和镁的浓度为(0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00) $\mu\text{g/mL}$;

6.2.3 分析步骤

6.2.3.1 试样的称取, 灼烧, 溶解同 6.1.3.1 和 6.1.3.2。加入 5.0 mL 氯化锶溶液, 定容, 此为试液 C, 随同试样做空白试验。

6.2.3.2 当钙、镁含量小于 0.015% 时, 直接取试液 C 进行测定。当钙、镁含量超过 0.015% 时, 按钙、镁含量对试液 C 进行稀释, 使稀释溶液的浓度不超出标准工作曲线系列溶液浓度的范围。

6.2.3.3 仪器预热 20 min 后, 调节至最佳工作状态, 用空气-乙炔火焰, 钙空心阴极灯, 在波长 422.7 nm 处; 镁空心阴极灯, 在波长 285.2 nm 处, 用水调零, 先测定工作曲线系列溶液的吸光度, 再测定试液的吸光度。按校正的吸光度(即减去试剂空白的吸光度)与工作曲线系列溶液浓度的关系绘制工作曲线。从所测试液的吸光度中减去空白试验的吸光度, 在工作曲线上查得所测试液的浓度。

6.2.4 结果计算

钙(Ca)的质量分数 $\omega(\text{Ca})$ 和镁(Mg)的质量分数 $\omega(\text{Mg})$ 按公式(5)计, 数值以%表示算:

$$\omega(\text{Ca}) \text{ 或 } \omega(\text{Mg}) = \frac{c \times V_2 \times 100}{m \times V_1 / V \times 10^6} = \frac{c \times V_2 \times V}{m \times V_1 \times 10^4} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c ——所测试液中减去空白试验后的钙或镁的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样的质量, 单位为克(g);

V ——试液的总体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——所测试液的体积, 单位为毫升(mL)。

6.3 ICP 法测定钾、钠、钙、镁和铁

6.3.1 方法概述

称取一定量的试样, 至于马弗炉中灰化, 用高氯酸和氢氟酸分解制成溶液后, 在电感耦合等离子体炬焰中激发, 发射出所含元素的特征谱线, 根据钾、钠、钙、镁和铁的特征谱线的强度测定其含量, 计算出碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量。

6.3.2 试剂

本方法所用试剂如下:

- 钾、钠、钙、镁和铁混合标准溶液, 取钾、钠、钙、镁和铁标准储备溶液各 25.00 mL 于 250 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 贮于塑料瓶中。此溶液的钾、钠、钙、镁和铁的浓度均为 0.1 mg/mL;
- 钾、钠、钙、镁和铁混合工作曲线系列溶液, 取钾、钠、钙、镁和铁混合标准溶液 (0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、15.00、20.00) mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10.0 mL 盐酸 [6.1.2 d)], 稀释至标线, 摇匀贮于塑料瓶中。此溶液的钾、钠、钙、镁和铁的浓度为 (0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、15.00、20.00) $\mu\text{g/mL}$;
- 纯氩, 符合 GB/T 4842 中规定;
- 高纯氮, 符合 GB/T 8979 中规定。

6.3.3 分析步骤

6.3.4 当钾、钠、钙、镁和铁含量小于 0.040% 时, 直接取试液 B 进行测定。当各元素含量超过 0.040% 时, 按各元素含量对试液 B 进行稀释, 使稀释溶液的浓度不超出标准工作曲线系列溶液浓度的范围。

6.3.5 仪器预热稳定后, 用表 1 推荐的波长, 先测定混合工作曲线系列溶液的光强度, 绘制工作曲线, 再测定空白和试液的光强度。

表1 ICP 法测定钾、钠、钙、镁和铁的波长

元 素	K	Na	Ca	Mg	Fe
波长 1/nm	766.491	589.592	315.887	285.213	259.940
波长 2/nm	769.897	588.995	317.933	279.553	239.563

6.3.6 结果计算

钾 (K) 的质量分数 $\omega(\text{K})$ 、钠 (Na) 的质量分数 $\omega(\text{Na})$ 、钙 (Ca) 的质量分数 $\omega(\text{Ca})$ 、镁 (Mg) 的质量分数 $\omega(\text{Mg})$ 和铁 (Fe) 的质量分数 $\omega(\text{Fe})$ 按公式 (6) 计算, 数值以 % 表示:

$$\omega(\text{K})、\omega(\text{Na})、\omega(\text{Ca})、\omega(\text{Mg}) \text{ 或 } \omega(\text{Fe}) = \frac{c \times V_2 \times 100}{m \times V_1 / V \times 10^6} = \frac{c \times V_2}{m \times V_1 / V \times 10^4} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

c ——所测试液中减去空白试验后的钾、钠、钙、镁或铁的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样的质量, 单位为克 (g);

V ——试液的总体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——所测试液的体积, 单位为毫升 (mL)。

6.4 检出限

表 2 为碳纤维中钾、钠、钙、镁和铁元素含量方法的检出限。

表2 碳纤维中钾、钠、钙、镁和铁含量测定的检出限

元 素	钾	钠	钙	镁	铁
检出限/%	0.000 14	0.000 13	0.000 16	0.000 016	0.000 016

6.5 精密度

本标准方法重复性限见表3。

表3 碳纤维中钾、钠、钙、镁和铁含量测定的重复性限

元 素	钾	钠	钙	镁	铁
重复性限/%	0.001 0	0.001 5	0.000 20	0.000 30	0.000 20

7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 说明依据本标准；
 - b) 碳纤维的称样量；
 - c) 碳纤维的灼烧温度；
 - d) 分析结果及表示；
 - e) 试验日期；
 - f) 在试验中观察到的异常现象。
-

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
碳纤维中硅、钾、钠、钙、镁和铁含量的测定
JC/T 2336—2014

中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

开本880×1230 1/16 印张1 字数22千字
2015年12月第一版 2015年12月第一次印刷
印数1—800 定价22.00元
书号:155160·710

编号:1068



JC/T 2336—2015

网址:www.standardcnjc.com 电话:(010)51164708
地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。