

中华人民共和国黑色冶金行业标准

碳纤维及其制品碳、氢元素分析方法

YB/T 075—1995

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

1 范围

1.1 主题内容

本标准规定了碳纤维及其制品碳、氢元素分析的试验仪器、化学试剂、试验条件、试验步骤和测定结果计算等事项。

1.2 适用范围

本标准适用于碳纤维、石墨纤维、炭布(带)、炭毡和石墨纤维发热元件等的碳、氢元素分析。

1.3 应用指南

使用本标准应注意 4.5 条规定的试验室大气条件;4.3 条规定的化学试剂与制备方法。5.2.1 条规定的空白值试验符合要求后,方可进行测定工作。

2 引用文件

- GB 622—89 化学试剂 盐酸
- GB 625—89 化学试剂 硫酸
- GB 629—81 化学试剂 氢氧化钠
- GB 642—86 化学试剂 重铬酸钾
- GB 670—86 化学试剂 硝酸银
- GB 678—90 化学试剂 乙醇(无水乙醇)
- GB 3863—83 工业用气态氧
- GB 9857—88 化学试剂 氧化镁

3 定义

3.1 碳含量 carbon content

碳元素质量占试样质量的百分比。

3.2 氢含量 hydrogen content

氢元素质量占试样质量的百分比。

3.3 空白值 blank value

元素分析试验时,按照标准规定的试验步骤与条件进行试验,只是不装试样,所得到的试验结果为空白值。

4 一般要求

4.1 计量仪器

4.1.1 分析天平;分度值 0.00001 g。

中华人民共和国冶金工业部 1995-04-24 批准

1995-10-01 实施

4.1.2 氧气流量计:0~70 mL/min。

4.2 分析装置

本分析装置由氧气净化系统、燃烧系统和吸收系统三部分组成。

4.2.1 氧气净化系统

本系统用于除去氧气中的二氧化碳和水分,以稳定二氧化碳和水吸收管的空白值。它由两个气体洗瓶和两个干燥塔组成;气体洗瓶内分别装有40%的氢氧化钠溶液和浓硫酸;干燥塔内分别装有烧碱石棉和无水氯化钙。氧气可使用工业用气态氧。净化剂经200次左右测定后,应进行更换。

4.2.2 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,内孔径比燃烧管外径大3~5 mm,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1。试样放在石英舟中,石英舟规格见图2。

4.2.3 吸收系统

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。二氧化碳吸收管和水吸收管的规格与试剂填充方法见图3、图4;氮化物吸收管规格与试剂填充方法见图5。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。

4.3 化学试剂与制备方法

4.3.1 无水乙醇:应符合GB 628的规定。

4.3.2 氢氧化钠:应符合GB 629分析纯的规定。

4.3.3 盐酸:应符合GB 622的规定。

4.3.4 硫酸:应符合GB 625的规定。

4.3.5 无水氯化钙($\geq 96\%$)。

4.3.6 烧碱石棉:粒度为10~20目;二氧化碳吸收量不低于20%。

4.3.7 重铬酸钾:应符合GB 642的规定。

4.3.8 钨酸钠($\geq 99\%$)。

4.3.9 硝酸银:应符合GB 670的规定。

4.3.10 氧化镁:应符合GB 9857的规定。

4.3.11 四氧化三钴:分析纯;粒度为20~40目。

4.3.12 无水高氯酸镁($\geq 80\%$),粒度为10~20目。

4.3.13 钨酸银

制备方法:将35 g硝酸银(4.3.9)溶于150 mL水中制成硝酸银溶液;将33 g钨酸钠(4.3.8)溶于1 000 mL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10 min,此时沉淀物由黄色变成白色。用约300 mL热蒸馏水以倾泻法洗涤数次,然后在细孔(3~4号)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。最后用少量乙醇洗涤三次,然后将产物放在烘箱内于105℃下干燥3 h,获得微灰色粉状产物,此物受光变色,但不影响催化性能。

4.3.14 钨酸银/氧化镁

制备方法:将钨酸银和氧化镁固体(质量比2:3)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℃烘箱中烘干(约2~3 h),冷却后小心击碎,取20~40目颗粒,置高温炉内从室温升至850℃,灼烧4 h,得到淡灰色颗粒,冷却后贮于干燥器中备用。

4.3.15 氮化物吸收剂

制备方法:取40~80目石英砂或硼硅酸盐玻璃砂,用1:1盐酸浸洗1 h,再用蒸馏水洗净,然后置于120℃烘箱内干燥约3 h,取该石英砂或玻璃砂50 g,放在带磨口塞的三角瓶中,用滴管取重铬酸钾-

浓硫酸溶液(0.4 g 重铬酸钾溶于 10 mL 浓硫酸中)滴在石英砂或玻璃砂上,每次滴 4~5 滴,摇匀,直到石英砂变成橙黄色,并开始附着瓶壁为止。

4.4 材料

4.4.1 氧气:应符合 GB 3863 的规定。

4.4.2 凡士林

4.4.3 石英砂或硼硅酸盐玻璃砂。

4.4.4 铜丝或银丝:直径 0.5~1 mm,制成直径 10 mm,长 20 mm 的铜丝(或银丝)卷,在高温炉中以 500℃ 灼烧 1 h,冷却备用。

4.4.5 硅橡胶管,硅橡胶塞。

4.5 试验室大气条件

4.5.1 试验环境条件:温度 $22 \pm 5^\circ\text{C}$;空气相对湿度 $(30 \pm 10)\%$ 。

4.5.2 在其他条件进行试验时,必须确认 5.2 条的空白值试验结果稳定,方可进行测定。

4.6 试样制备

随机取碳纤维试样 2 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℃ 的烘箱中干燥,冷却后将试样切成 2~3 mm 的碎屑,贮于干燥器中备用。

5 详细要求

5.1 试验准备

5.1.1 燃烧管的填充

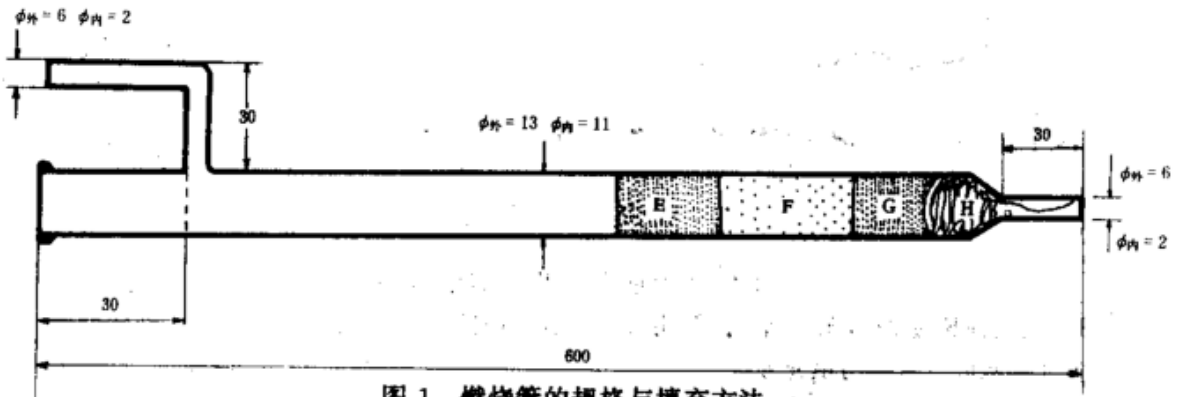


图 1 燃烧管的规格与填充方法

燃烧管出气端 H 层装铜丝(银丝)卷,G 层装 40 mm 四氧化三钴,F 层装 50 mm 钨酸银/氧化镁;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℃,通氧气灼烧 1 h,然后取出燃烧管轻轻敲击几下,再在 E 层装 40 mm 四氧化三钴。催化氧化剂经 300 次左右测定后,应进行更换。

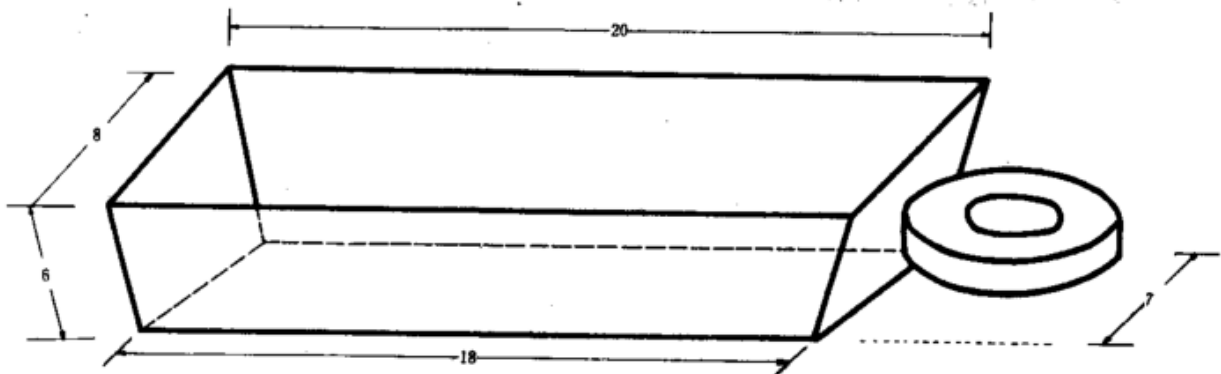


图 2 石英舟规格

5.1.2 吸收管的填充

二氧化碳吸收管填充方法：先在吸收管尾端装入 2 mm 脱脂棉，然后装入 10~15 mm 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。

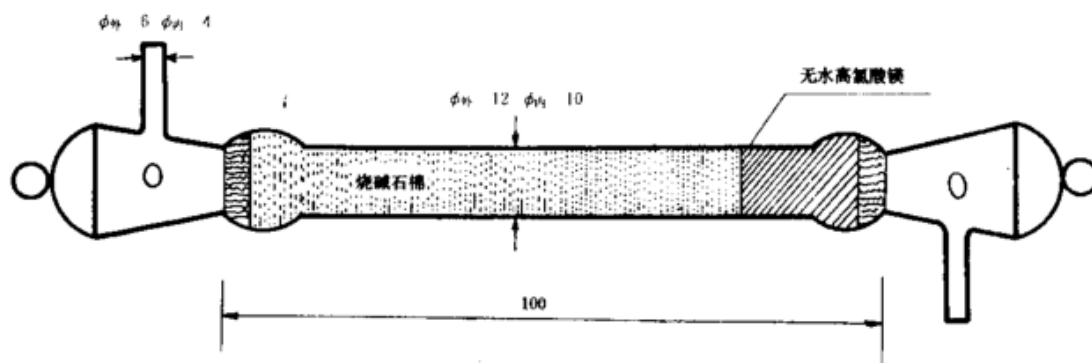


图 3 二氧化碳吸收管的规格与填充方法

水吸收管填充方法：先在吸收管尾端装入 2 mm 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。

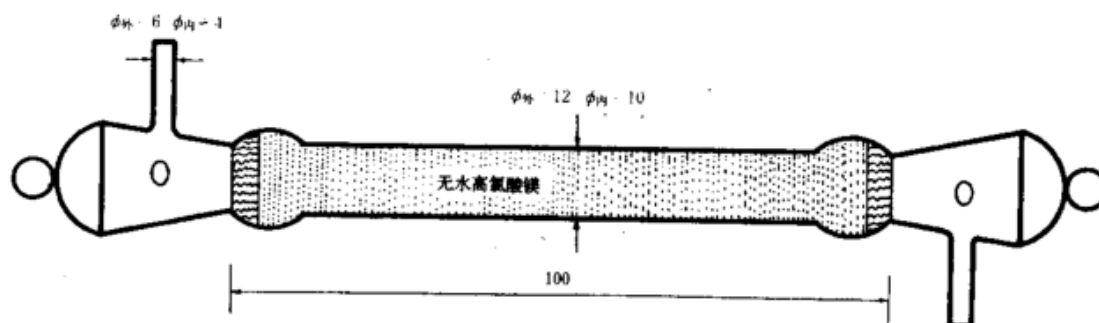


图 4 水吸收管的规格与填充方法

烧碱石棉用到超过 3/4，无水高氯酸镁用过 50 次左右时应进行更换。

5.1.3 氯化物吸收管规格与填充方法

见图 5。氯化物吸收管内的填充剂分析 150 次左右应进行更换。

5.1.4 保护管的填充方法，按 5.1.2 水吸收管填充方法进行。

5.1.5 分析系统的组装

整个分析系统按图 6 组装。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。

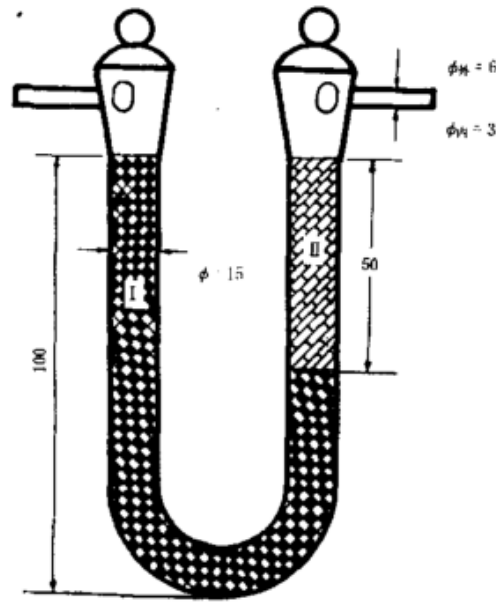


图5 氮化物吸收管规格与填充方法

I—重铬酸钾-石英砂；II—无水高氯酸镁

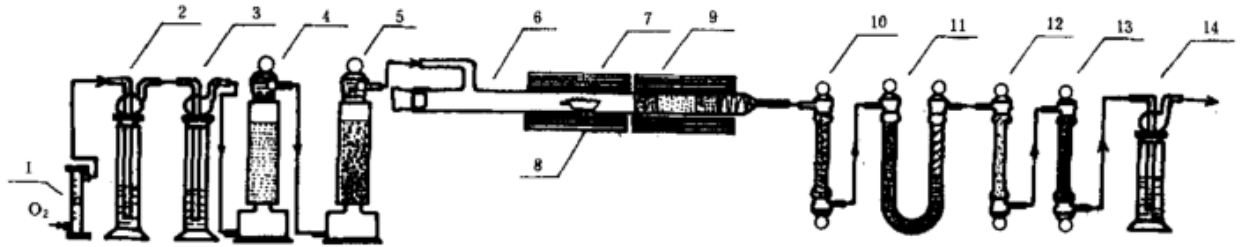


图6 分析系统

1—流量计；2—氢氧化钠洗气瓶；3—浓硫酸洗气瓶；4—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

5.2 分析步骤

按图6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 $10 \sim 20 \text{ mL/min}$ 的流速向系统通氧气。

5.2.1 空白值试验

通氧气1 h，取下二氧化碳、水吸收管，分别称量并记录（每次称量前需用绸布擦拭吸收管）。重新接好吸收管，将石英舟推入燃烧管，置于移动电炉中央，塞紧硅橡胶塞。18 min后，取下二氧化碳、水吸收管，分别称量并记录。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 0.2 mg ，二氧化碳吸收管增量不超过 0.1 mg ，则可以进行分析。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。

5.2.2 试样分析

在石英舟中称取已制备好的试样 20 mg ，迅速将石英舟推入燃烧管，置于移动电炉中央，塞紧硅橡胶塞。燃烧18 min后，取下二氧化碳、水吸收管，分别称量并记录。

5.2.3 标准物质分析

为了检查测试系统是否可靠，可取标准物质萘或苯进行碳、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，氢不

超过±0.2%，碳不超过±0.3%，则表明测试系统可靠。否则需查明原因，彻底纠正后才能进行测定。

5.3 计算

5.3.1 碳含量测定结果按公式(1)计算：

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

式中：C——碳含量，%；

G_0 ——试样质量，mg；

G_1 ——二氧化碳吸收管吸收前质量，mg；

G_2 ——二氧化碳吸收管吸收后质量，mg。

5.3.2 氢含量分析结果按公式(2)计算：

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

式中：H——氢含量，%；

W_1 ——水吸收管吸收前质量，mg；

W_2 ——水吸收管吸收后质量，mg；

G_0 ——试样质量，mg。

5.4 允许差

试验结果取四位有效数字。本方法碳、氢分析的最大允许差为：碳 0.5%；氢 0.25%。

6 说明事项

用仪器分析时，须保证所采用仪器对萘或蒽的分析结果符合 5.2.3 的要求。涉及到仲裁分析时，应以本方法为准。

附加说明：

本标准由冶金工业部标准信息研究总院提出。

本标准由冶金工业部标准信息研究总院归口。

本标准由吉林炭素总厂负责起草，本标准主要起草人孙权、郑保和、李庆凯。