

E500 元素分析仪测定碳纤维中 N、C、H、S 含量

一、前言

碳纤维作为高性能复合材料的核心增强体，其元素组成直接影响最终产品的理化性能：

碳（C）含量：决定纤维模量、导电性及热稳定性的核心指标（需排除浸润剂干扰，见 GB/T 31292-2014）；氮（N）含量：反映 PAN 基纤维预氧化工艺质量，残留氮化物可能降低高温抗氧化性；氢（H）含量：表征热解工艺完成度，异常残留氢暗示结构缺陷；硫（S）含量：关键杂质元素（>50 ppm 显著加速高温氧化），制约航空航天级纤维合格率。精确测定四元素对工艺优化（原丝→碳化）、产品分级（工业级 vs. 宇航级）及失效分析具有不可替代的价值。

与传统测试方法（经典化学法、燃烧吸收法、红外吸收法等）中需要分设备多次测试碳纤维中 N、C、H、S 的含量相比，基于燃烧原理的 E500 元素分析仪，通过自动进样实现连续检测，减少人为误差，同时一次性测试可以直接获得 N、C、H、S 的含量，更具高效性。

本方案旨在验证 E500 元素分析仪在碳纤维四元素同步检测中的可靠性，为行业提供可靠技术支撑。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

E500 元素分析仪、百万分之一分析天平等。

2.2 试剂及材料

载气：高纯氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）、助燃气：氧气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

对氨基苯磺酸标准品（纯度 $>99\%$ ）；

三氧化钨、线状铜、银丝、刚玉球、石英棉；

锡舟、锡箔纸。

2.3 样品

碳纤维。

三、E500 元素分析仪实验方法

3.1 仪器准备

①管路准备：可根据耗材填充工装对燃烧管、还原管、干燥管进行准确装填，如耗材使用周期达到上限需及时更换；

②气源准备：氦气（纯度：99.999%）；氧气（纯度：99.999%）；

③微量分析天平开机预热：尽量保持长期开机，并保持称量室温度和湿度稳定；

④新陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）准备：将陶瓷坩埚置于 800°C 的马弗炉中灼烧 1~2h，冷却后置于干燥器中备用；

⑤CHNS 模式使用参数见下表：

模式	燃烧管	还原管	C 柱	H 柱	S 柱	检测器	标准品	承装
CHNS 模式	1000°C	850°C	35°C	45°C	40°C	TCD 检测器	对氨基苯磺酸（参考标准品证书）	锡舟

3.2 仪器校准

CHNS 模式：称取 0.5、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、12、14、16、18、20、25、30、40、50、70mg 对氨基苯磺酸于锡舟中，设置测试序列，选择相应重量方法进行测试，对 C、H、N、S 逐一建立校准曲线，校准曲线的线性相关系数 R 应大于 0.999。

为避免仪器状态波动对结果产生影响，每日测试样品前仍需要使用标准品进行日常系数校正，日常系数在 0.9~1.1 范围内说明标曲可以正常使用，如果超出该范围，需重新测试标曲。

3.3 样品前处理

碳纤维应按 GB/T29761 的规定除去碳纤维的浸润剂。必要时用蒸馏水清洗后于 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干，置于干燥器中冷却至室温备用。

将样品剪成小于 0.5mm 的小段或用玛瑙研钵研磨至 0.5mm 以下，不少于 1g，混匀。将粉碎的试样放入称量瓶中，于 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干至恒重，置于干燥器中备用。

3.4 样品称量

CHNS 模式：用锡纸碗称取 5mg 碳纤维，精确至 $\pm 0.001\text{mg}$ ，将盛有样品的锡箔纸卷成密封的小球，并将称量好的样品置于陶瓷坩埚中后放入仪器样品盘待测。



锡纸碗制作步骤

3.5 上机测试

将含有样品的陶瓷坩埚置于 E500 元素分析仪的样品盘中进行测试，仪器参数设置如下表：

方法名称	5mg 碳纤维
通氧时间/s	40
氧气流量/(mL/min)	160
断氧阈值/(%)	0
N 延时/s	105
C 延时/s	180
H 延时/s	240
S 延时/s	180
自动归零/s	35

四、测试结果

经过分析检测，碳纤维样品中 N、C、H、S 含量如下表：

样品名称	重量(mg)	N 含量(%)	C 含量(%)	H 含量(%)	S 含量(%)
1#碳纤维	5.069	4.186	96.387	0.630	0.000
1#碳纤维	5.076	3.984	95.998	0.755	0.000
平均值 (%)		4.085	96.193	0.693	0.000
SD (%)		0.143	0.275	0.088	0.000
2#碳纤维	5.050	4.206	97.139	0.879	0.000
2#碳纤维	5.041	4.218	97.051	0.582	0.000
平均值 (%)		4.212	97.095	0.731	0.000
SD (%)		0.008	0.062	0.210	0.000
3#碳纤维	5.016	6.893	95.184	1.348	0.000
3#碳纤维	5.016	6.794	95.071	1.104	0.000
平均值 (%)		6.844	95.128	1.226	0.000
SD (%)		0.070	0.080	0.173	0.000

五、注意事项

测试碳纤维过程中要保证充分的通氧燃烧，以提高测试结果的准确度和精密度。

六、结论

通过实验结果可以看出，对于碳纤维样品而言，E500 元素分析仪在“CHNS 模式”下仅需 5mg 进样，就可以完成对于碳纤维样品中 N、C、H、S 元素含量的同时准确测定，并且测试结果平行性良好。除此之外，E500 元素分析仪的“样品-灰分原位置换”技术和 120 位进样盘可以更好助力于碳纤维样品的连续大批量检测，为行业提供可靠技术支撑。