



中华人民共和国国家标准

GB/T 42240—2022

纳米技术 石墨烯粉体中金属杂质的测定 电感耦合等离子体质谱法

Nanotechnology—Measurement of metallic impurities in graphene powder—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试剂或材料	2
6 仪器设备	3
7 样品	4
8 试验步骤	5
9 试验数据处理	6
10 测量不确定度	7
11 试验报告	8
附录 A (资料性) ICP-MS 测试参考条件	9
附录 B (资料性) 不同样品处理方法对比	10
附录 C (资料性) 几种金属杂质的标准校准曲线	13
附录 D (资料性) 石墨烯粉体样品中金属杂质的测定 测试示例	15
附录 E (资料性) 试验报告模板	18
参考文献	20

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：国家纳米科学中心、中国计量科学研究院、广州特种承压设备检测研究院、上海屹尧仪器科技发展有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、首都师范大学、华南理工大学、北京石墨烯研究院、北京吉天仪器有限公司、泰州石墨烯研究检测平台有限公司。

本文件主要起草人：刘忍肖、田国兰、尹宗杰、李茂东、任玲玲、葛广路、郭玉婷、倪晨杰、于学雷、刘伟丽、张兰、张荣花、柳絮、迟桢文、丁荣。

引 言

石墨烯粉体是当前我国石墨烯产品的主要形式,在新能源电池、热管理、重防腐涂料等产业领域已初步实现规模应用。石墨烯粉体可经由机械剥离、还原氧化、插层解离、小分子合成等不同的生产工艺制备。由于生产工艺、生产设备、原料等的不同,不同厂家生产的石墨烯粉体中所含的金属杂质元素的种类和含量也存在显著差异。金属杂质会直接影响石墨烯粉体的应用性能,石墨烯应用技术开发和产业发展亟需建立对石墨烯粉体中金属杂质进行准确可靠检测的标准化分析测试方法。

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术可实现对多种无机元素及同位素同时进行快速痕量定量检测,且动态线性范围宽、灵敏度高。开发基于 ICP-MS 技术的石墨烯粉体中金属杂质定量测试方法在测试技术上具有可行性,但需解决三个难题:(1)样品处理:石墨烯的晶体结构是由碳原子以 π - π 共价键结合形成的六角密排蜂窝状,化学键很难被打开,而 ICP-MS 技术的待测样品宜为溶液,所以需将石墨烯粉体进行完全消解。在石墨等碳材料测试中常用“高温灰化”样品处理方法,但由于石墨烯表观密度低,在升温灰化过程中极易发生飘散而不可避免地引入较大的误差;对石墨烯粉体具有强消解作用的浓硫酸、高氯酸、双氧水等在测试时或产生明显的多原子离子干扰而影响测试结果的准确性,或在高温高压密闭条件下有较高燃爆危险性,因此首先需要开发适用、可推广的样品处理方法。(2)多元素标准校准曲线的建立和定量测试:用 ICP-MS 技术进行无机杂质的定量测试需建立被测元素的标准校准曲线,而产业化石墨烯粉体中所含金属杂质元素的种类可多达二十余种,且各元素含量分布范围极宽,从几微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)到几千毫克每千克(mg/kg),所以需考虑如何建立适用的各待测元素的标准校准曲线;此外,对于易受环境影响、谱线干扰、基体干扰的元素,可通过建立适当的方法或选择合适的测试模式以得到尽可能准确可靠的测试结果。(3)加标回收率:由于石墨烯粉体测量样品成分复杂、测试影响因素多,可用加标回收率来验证测试分析方法的可靠性。本文件针对上述三个难题给出了解决方案,建立了石墨烯粉体中金属杂质的标准化定量测试分析方法。

纳米技术 石墨烯粉体中金属杂质的测定

电感耦合等离子体质谱法

警告:本文件中用于样品消解处理的试剂(硝酸、氢氟酸)具有强氧化性和腐蚀性,操作过程需严格遵守实验规定条件和仪器操作说明,注意安全防护。

1 范围

本文件描述了用电感耦合等离子体质谱技术测定石墨烯粉体中金属杂质含量的方法。

本文件适用于石墨烯粉体中金属杂质的测定。其他碳基纳米材料,如碳纳米管、碳纤维、多孔炭等所含金属杂质的测定参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯 **graphene**

石墨烯层 **graphene layer**

单层石墨烯 **single-layer graphene; monolayer graphene**

由一个碳原子与周围三个近邻碳原子结合形成蜂窝状结构的碳原子单层。

注 1:它是许多碳纳米物体的重要构建单元。

注 2:由于石墨烯仅有一层,因此通常被称为单层石墨烯。石墨烯缩写为 1LG,以便区别于缩写为 2LG 的双层石墨烯和缩写为 FLG 的少层石墨烯。

注 3:石墨烯有边界,并且在碳-碳键遭到破坏的地方有缺陷和晶界。

[来源:GB/T 30544.13—2018,3.1.2.1]

3.2

石墨烯粉体 **graphene powder**

主要由石墨烯和相关二维材料组成的、外观为黑色或棕黄色的粉体。

注:石墨烯粉体包括单层石墨烯(1LG)、双层石墨烯(2LG)、少层石墨烯(FLG)、石墨烯纳米片(GNP)、机械剥离石墨烯、化学解离石墨烯、小分子合成(CVD、PVD)石墨烯、还原氧化石墨烯(rGO)、氧化石墨烯(GO)等。

3.3

少层石墨烯 **few-layer graphene; FLG**

由三到十个完整的石墨烯层堆垛构成的二维材料。