



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 35418—2017/ISO/TS 13278:2011

---

## 纳米技术 碳纳米管中杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

**Nanotechnologies—Determination of elemental impurities in  
samples of carbon nanotubes—Inductively coupled plasma mass spectrometry**

(ISO/TS 13278: 2011, Nanotechnologies—Determination of elemental  
impurities in samples of carbon nanotubes using inductively coupled  
plasma mass spectrometry, IDT)

2017-12-29 发布

2018-04-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语、定义、符号和缩略语 .....	1
4 样品和试剂 .....	2
5 仪器 .....	4
6 样品预处理 .....	5
7 实验步骤 .....	6
8 数据分析 .....	8
9 不确定度 .....	8
10 测试报告 .....	9
附录 A (资料性附录) 碳纳米管中元素杂质分析举例 .....	10
参考文献 .....	15

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO/TS 13278:2011《纳米技术 应用电感耦合等离子体质谱法测定碳纳米管中的杂质元素》。

本标准做了如下编辑性修改：

——修改了标准名称。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准主要起草单位：国家纳米科学中心、中国科学院高能物理研究所。

本标准主要起草人：白茹、陈春英、李柏、李玉锋、赵宇亮。

## 引 言

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)是一种被广泛认可的多元素分析技术,可快速、精确检测样品中的痕量元素。与原子吸收法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)相比,电感耦合等离子体质谱法具有很多优势,如:基体干扰小,灵敏度高,检出限低等。

碳纳米管(CNT)具有独特的物理和化学性质,在许多领域具有潜在应用,引起了广泛的研究兴趣。应用化学气相沉积法大量生产碳纳米管时,需要使用金属颗粒作为催化剂<sup>[1-3]</sup>。去除残留的催化剂(如Fe, Co, Ni)对于碳纳米管的应用具有重要意义<sup>[4]</sup>。经过复杂的纯化步骤,测定催化剂的含量。由于金属催化剂的存在,可随着碳纳米管的使用而被释放,从而对碳纳米管的毒理学和生态学作用结果产生影响<sup>[5-7]</sup>。此外,碳纳米管的功能可能取决于这些催化剂杂质,所以必须采用可靠的技术检测杂质含量。

目前分析碳纳米管纯度的方法包括:中子活化分析(NAA),含有电子能量损失谱(EELS)的透射电子显微镜(TEM),含有能量色散X射线光谱(EDX)的扫描电子显微镜(SEM),拉曼光谱,X射线光电子能谱(XPS),热重分析(TGA)和X射线荧光(XRF)光谱<sup>[8-12]</sup>。ISO/TC 229颁布了一些表征单壁碳纳米管和多壁碳纳米管的技术方法标准,如SEM(ISO/TS 10798),TEM(ISO/TS 10797),多壁碳纳米管表征方法(ISO/TR 10929)。

然而,每种检测方法都有其局限性,热重分析仅能反应物质在受热条件下的质量变化,受到许多因素的影响,包括仪器、实验条件和样品因素等,所以检测结果可信度不高;中子活化分析是一种基于核反应的定量定性方法,该方法灵敏度、准确度和精密度高,可同时测定痕量、微量和主量的元素,灵敏度达 $10^{-6} \sim 10^{-9}$ ,因此,常被用作标准参考物制定。但是由于需要大型核反应堆照射样品,中子活化分析的应用受到了极大的限制,此外,高成本与放射危害,较长的分析周期,复杂的操作技术,较差的实用性,限制了中子活化分析方法的应用。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)也具有高的灵敏度、准确度和精密度,广泛用于实验室检测。它要求样品被完全消解,传统的消解方法适用于土壤、岩石和生物样品分析。碳纳米管具有极其稳定的结构,并且金属残留物可能包裹在碳壳结构中,因此,需要采用特定的样品预处理方法<sup>[12-15]</sup>。电感耦合等离子体质谱法比石墨炉原子吸收法和电感耦合等离子体原子发射光谱法具有更高的灵敏度。

本标准应用电感耦合等离子体质谱准确检测单壁碳纳米管和多壁碳纳米管中残留的杂质元素,提供了最优的样品预处理方法。附录A是方法应用举例。

# 纳米技术 碳纳米管中杂质元素的测定

## 电感耦合等离子体质谱法

### 1 范围

本标准规定了使用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定单壁碳纳米管(SWCNT)和多壁碳纳米管(MWCNT)中残留杂质元素的方法。

本标准对单壁碳纳米管和多壁碳纳米管样品提供了优化的消解和预处理方法,从而应用电感耦合等离子体质谱准确定量测定杂质元素。

### 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/T 30544.3—2015 纳米科技 术语 第3部分:碳纳米物体(ISO/TS 80004-3:2010, IDT)

### 3 术语、定义、符号和缩略语

#### 3.1 术语和定义

GB/T 30544.3—2015 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

##### 3.1.1

**电感耦合等离子体源 inductively coupled plasma source**

大气压下通过射频电磁场在氩气中产生等离子体的部件。

##### 3.1.2

**电感耦合等离子体质谱 inductively coupled plasma mass spectrometry; ICP-MS**

由进样系统、电感耦合等离子体源、等离子体/真空接口、质谱仪(包括离子聚焦、分离和检测系统)构成。

注:电感耦合等离子体质谱可定量检测样品中痕量、微量和主量的元素,适用于分析化学领域。

##### 3.1.3

**杂质元素 elemental impurity**

样品中的非碳元素,在样品中出现的且不以碳纳米管形式存在的元素。

注1:这些杂质主要是在大规模生产碳纳米管时使用的金属催化剂的残留物。

注2:无定形碳可做为碳纳米管中的另一种杂质,不在本文件范围内。

#### 3.2 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本文件。

CCT 碰撞池技术 (collision cell technology)

$c_i$  进样量灵敏度系数,  $x_i$  指  $df/dx_i$  (sensitivity coefficient for input quantity,  $x_i$ , defined as  $df/dx_i$ )

CNT 碳纳米管 (carbon nanotube)