



中华人民共和国国家标准

GB/T 31959—2015

碳纤维热稳定性的测定

Determination of thermal oxidative resistance of carbon fiber

2015-09-11 发布

2016-08-01 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

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

碳纤维热稳定性的测定

GB/T 31959—2015

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2015年9月第一版

*

书号: 155066 • 1-52391

版权专有 侵权必究

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:许敏、王玉梅、黄英、师卓。

碳纤维热稳定性的测定

警告：本标准无意涉及与安全有关的所有内容，如果有的话也是与它的应用相关。本标准的使用者有责任建立适当的安全和健康措施，并在使用前确定是否适用于某些规章的限项。特定的危险信息见第6章。

1 范围

本标准规定了测定碳纤维热稳定性的仪器和方法。

本标准适用于碳纤维及其制品。

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/T 18374 增强材料术语及定义

GB/T 29761 碳纤维 浸润剂含量的测定

3 术语和定义

GB/T 18374 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

通过测试碳纤维热处理前后的质量损失率，表征碳纤维热稳定特性。

测试方法有方法 A：加速法，方法 B：慢速法。

5 仪器和设备

5.1 天平，精度为 0.1 mg。

5.2 真空烘箱，在 80 °C 时真空度 ≤ 1.3 kPa，控温精度为 ± 3 °C。

5.3 空气循环烘箱，空气置换率 1 次/min，温度 25 °C ~ 375 °C 时，控温精度为 ± 5 °C。

5.4 高硼硅玻璃烧杯，容量为 250 mL 或与烘箱尺寸相适应的其他规格(每个试样一个烧杯)。

5.5 金属网盖，盖在烧杯上以减少在加热过程中过多的空气湍流。

5.6 高硼硅玻璃烧瓶或锥形瓶，容量为 250 mL 或 500 mL。

5.7 高硼硅玻璃冷凝器，与烧瓶或锥形瓶相配。

5.8 不锈钢镊子，用于夹持试样。

5.9 加热板。

6 试剂和材料

甲基乙基酮(2-丁酮)，纯度为 99.5%，沸点范围为 70.0 °C ~ 81.0 °C 或 GB/T 29761 中给出的其他合

适的溶剂。

警告：甲基乙基酮是一种具有刺激性和易燃的试剂，应在通风良好的环境中进行操作，不应直接暴露在热源或明火中。

7 试样

7.1 称取约 2 g 碳纤维试样。操作时应戴上手套或使用镊子以避免试样污染。

7.2 试样数量，如以质量控制为目的，每个样品至少测试两个试样。如对样品性能进行定量评估，至少测试十个试样，按 10.4 对结果进行统计评估。

7.3 试样可以是去除浸润剂或不去除浸润剂的碳纤维。

注 1：碳纤维浸润剂含量约为 1%，在本方法规定的暴露温度下通常不稳定，可能影响试验结果。

注 2：碳纤维在使用时通常都含有完好的浸润剂，因此了解含有浸润剂碳纤维的热稳定性是最有用的。另外，为表征和选择具有最佳浸润剂的纤维，了解各种浸润剂的功效也是非常有用的。出于这个原因，最好同时给出含有浸润剂和不含浸润剂的碳纤维的热稳定性。

8 试样调温调湿

将试样、烧杯(5.4)和金属网盖(5.5)放在 77 °C 的真空烘箱(5.2)中，在 9.3.1 和 9.3.2 中所述的低压下干燥 16 h。

9 操作步骤

9.1 称量

称量取每个试样的初始质量 m_i ，精确到 0.1 mg。

9.2 去除浸润剂

9.2.1 按 GB/T 29761 中规定的索氏萃取法或本条的规定去除浸润剂。如不需要去除浸润剂，则跳过本条。

9.2.2 将试样放入干燥烧瓶(5.6)中，加入 100 mL~200 mL 的甲基乙基酮溶剂。将烧瓶放在加热板(5.9)或水浴中并连接在冷凝器(5.7)上，打开冷却水。将试样浸泡在沸腾的溶剂中持续 15 min。卸下冷凝器，将溶剂倒出，并取出试样。

9.2.3 将试样放在真空度 ≤ 1.3 kPa、温度为 77 °C 的真空烘箱中干燥 30 min。

9.2.4 称量干燥并冷却后的试样，精确到 0.1 mg，记录其质量。

9.2.5 重复 9.2.2~9.2.4 的步骤至前后两次质量的差值在 ± 0.1 mg 的范围内，记录试样的最终质量 m_e 。

9.3 干燥

9.3.1 将试样放在真空度 ≤ 1.3 kPa 温度为 77 °C 的真空烘箱中干燥 16 h。

9.3.2 称量干燥并冷却后的试样，记录其质量 m_d ，精确到 0.1 mg。

9.4 热处理

9.4.1 概述

将试样放入空气循环烘箱(5.3)中，用方法 A 或方法 B 进行热处理，称取热处理后试样的质量。

9.4.2 方法 A:加速法

9.4.2.1 将空气循环烘箱加热到 $(375 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

9.4.2.2 将试样放入烧杯内并盖上金属网盖,放入空气循环烘箱中,记录开始时间。

9.4.2.3 24 h 后从烘箱中取出烧杯,放入干燥器中冷却至室温,称取试样的质量 m_s ,精确到 0.1 mg。

9.4.3 方法 B:慢速法

9.4.3.1 将空气循环烘箱加热到 $(315 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

9.4.3.2 将试样放入烧杯内并盖上金属网盖,放入空气循环烘箱中,记录开始时间。

9.4.3.3 500 h 后从烘箱中取出烧杯,放入干燥器中冷却至室温,称取试样的质量 m_s ,精确到 0.1 mg。

10 计算

10.1 碳纤维浸润剂的质量分数按式(1)计算:

$$w_f = (m_i - m_e) / m_i \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

 w_f ——碳纤维浸润剂的质量分数; m_i ——去除浸润剂前的试样质量,单位为克(g); m_e ——去除浸润剂后的试样质量(见 9.2.4),单位为克(g)。

10.2 去除浸润剂和未去除浸润剂的试样在干燥过程(见 9.3)中的质量损失率分别按式(2)和式(3)计算:

$$w_{dr} = (m_e - m_d) / m_e \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$w_{dr} = (m_i - m_d) / m_i \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

 w_{dr} ——干燥中试样质量损失率; m_e ——去除浸润剂后的试样质量,单位为克(g); m_i ——去除浸润剂前的试样质量,单位为克(g); m_d ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

10.3 碳纤维热稳定性以暴露于热空气环境后的质量损失率表示,按式(4)计算:

$$w_h = (m_d - m_a) / m_d \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

 w_h ——暴露于热空气环境后试样质量损失率; m_a ——暴露于热空气环境后试样的质量,单位为克(g); m_d ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。10.4 每个样品的平均值 X ,标准差 s 和变异系数 CV 分别按式(5)、式(6)和式(7)计算:

$$X = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{N} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$s = \left[\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - X)^2}{N - 1} \right]^{1/2} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$CV = (s/X) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

GB/T 31959—2015

式中:

 N ——试样数量, $N \geq 10$; X_i ——第 i 个试样的质量损失。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 被评估材料尽可能多的信息,如碳纤维型号、来源、原丝类型、浸润剂型号等;
 - b) 如浸润剂去除方法和调温调湿的条件与本标准不符,应在报告中给出;
 - c) 试样数量;
 - d) 测试方法,方法 A 或/和方法 B;
 - e) 干燥过程中的质量损失,若 $N \geq 10$,计算平均值、标准差和变异系数;
 - f) 浸润剂的质量分数,若 $N \geq 10$,计算平均值、标准差和变异系数;
 - g) 暴露于热空气环境后的试样质量损失率,若 $N \geq 10$,计算平均值、标准差和变异系数;
 - h) 试验日期。
-



GB/T 31959-2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-52391