



中华人民共和国国家标准

GB/T 29761—2022

代替 GB/T 29761—2013

碳纤维 上浆剂含量的测定

Carbon fibre—Determination of sizing content

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件代替 GB/T 29761—2013《碳纤维 浸润剂含量的测定》，与 GB/T 29761—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了方法 B(见 2013 年版的 6.2)；
- b) 更改了方法 A 索氏萃取法中的试样质量[见 7.1.2.1 中 c)和 7.1.2.2 中 a)，2013 年版的 6.1.2.3 和 6.1.3.2]；
- c) 更改了方法 B 高温分解法中的气体供给装置的规定(见 7.2.1.3,2013 年版的 6.3.2.3)；
- d) 增加了方法 B 高温分解法中计算公式修正系数(K)的规定(见 7.2.2.8)。

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。

本文件由全国碳纤维标准化技术委员会(SAC/TC 572)提出并归口。

本文件起草单位：南京玻璃纤维研究设计院有限公司、南京国材检测有限公司、安徽佳力奇先进复合材料科技股份公司、威海市产品质量标准计量检验研究院、威海光威复合材料股份有限公司、中国石化上海石油化工股份有限公司。

本文件主要起草人：黄英、唐宇、屈会力、祁晨曦、许敏、陈丽华、师卓、方允伟、王婧、王文义、赵德明、陈双兰、陈建明、瞿晓吉、谢梦媛。

本文件于 2013 年首次发布，本次为第一次修订。

碳纤维 上浆剂含量的测定

1 范围

本文件规定了碳纤维上浆剂含量的测定方法。

本文件适用于碳纤维纱线及其织物。

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/T 40724 碳纤维及其复合材料术语

3 术语和定义

GB/T 40724 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

使用以下两种方法中的一种去除上浆剂,并称量试样去除上浆剂前后的质量。

——方法 A 索氏萃取法,上浆剂能完全溶解于某种合适的溶剂时采用。

——方法 B 高温分解法,上浆剂能在高温中完全分解时采用。将试样放入温度高于上浆剂的分解温度并充满惰性气体的电炉中,通过高温分解去除上浆剂。

方法 A 和方法 B 需要重复烘干和称量直至试样质量恒定。对于已知材料的常规试验,可以通过实验来确定试样干燥至质量恒定所需要的最短时间。如果碳纤维或其上浆剂易吸水,应特别注意。

5 试样

从单位产品或实验室样品中取两个或两个以上的试样,以测试结果的算术平均值为该样品的测试值。

处理试样时应戴上手套或使用镊子以避免污染。

6 状态调节

试验前,将试样在温度为 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $(50\pm 10)\%$ 的标准环境中放置不少于 6 h。必要时,调湿处理前样品可进行干燥处理。

7 试验方法

7.1 方法 A: 索氏萃取法

警示——萃取和所有有机溶剂的处理应在通风橱里进行。使用橡胶手套或镊子。

7.1.1 仪器设备和试剂

7.1.1.1 天平, 最小分度值为 0.1 mg。

7.1.1.2 鼓风干燥烘箱, 温度能控制在所选择温度 $\pm 5^\circ\text{C}$ 范围内。

7.1.1.3 干燥器, 包含适宜的干燥剂, 如硅胶, 无水氯化钙或五氧化二磷。

7.1.1.4 索氏萃取器, 容量为 200 mL, 带有 500 mL 的烧瓶。

7.1.1.5 索氏萃取滤筒。

注: 上述给出的索氏萃取器、索氏萃取滤筒和烧瓶的尺寸仅作参考, 可以根据需要进行选择。

7.1.1.6 切刀。

7.1.1.7 加热炉, 带有功率调节器, 能调节溶剂沸腾速率。

7.1.1.8 有机溶剂(分析纯), 如丁酮、四氢呋喃、二氯甲烷、丙酮、二氯乙烷。

7.1.2 试验步骤

7.1.2.1 萃取时纤维松散容易脱落时, 应使用滤筒并按下列步骤操作:

- a) 将滤筒(见 7.1.1.5)在 $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱(见 7.1.1.2)内干燥 1 h, 取出放入干燥器(见 7.1.1.3)中冷却至室温;
- b) 称量滤筒质量, 精确到 0.1 mg(m_1);
- c) 将 3 g~5 g 试样放入滤筒, 称量试样和滤筒的质量, 精确到 0.1 mg(m_2);
- d) 将滤筒和试样放入索氏萃取器(见 7.1.1.4)中, 在烧瓶中放入足够的溶剂, 调节加热炉(见 7.1.1.7)的功率, 确保在 2 h 内至少 8 次回流, 萃取 2 h;
- e) 关掉加热炉, 冷却 10 min, 取出滤筒和试样, 放置 10 min, 挥发表面多余溶剂;
- f) 将滤筒和试样放入 $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 1 h(若溶剂的沸点高于 100°C , 则鼓风干燥烘箱的温度比沸点高 10°C), 然后放入干燥器中冷却, 称量试样和滤筒的质量, 精确到 0.1 mg;
- g) 重复以上干燥和称量, 直至连续两次的称量结果(m_3)的差值不大于 0.2 mg。如能确定试样干燥至质量恒定的最短时间(见第 4 章), 可省略此步骤。

7.1.2.2 纤维不松散不脱落时, 可不使用滤筒并按下列步骤操作:

- a) 称取 3 g~5 g 试样, 精确到 0.1 mg(m_4);
- b) 按 7.1.2.1 中步骤 d)~e) 进行萃取, 但不使用滤筒;
- c) 将试样在 $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ {或更高的温度[见 7.1.2.1 f)]}中干燥 1 h, 然后放入干燥器中冷却, 称量, 精确到 0.1 mg;
- d) 重复以上干燥和称量, 直至连续两次的称量结果(m_5)的差值不大于 0.2 mg。如能确定试样干燥至质量恒定的最短时间(见第 4 章), 可以省略此步骤。

7.1.3 试验数据处理

7.1.3.1 使用滤筒萃取时, 按式(1)计算上浆剂含量 SC:

$$SC = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——滤筒的初始质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和滤筒的初始质量,单位为克(g);

m_3 ——萃取后试样和滤筒的最终质量,单位为克(g)。

7.1.3.2 不使用滤筒萃取时,按式(2)计算上浆剂含量 SC:

$$SC = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——试样的初始质量,单位为克(g);

m_5 ——萃取后试样的最终质量,单位为克(g)。

7.2 方法 B:高温分解法

7.2.1 仪器设备

7.2.1.1 天平,最小分度值为 0.1 mg。

7.2.1.2 电炉,温度能控制在所选择温度 $\pm 5^\circ\text{C}$ 范围内。

7.2.1.3 惰性气体供给装置,包括减压阀、流量计和连接管,纯度 $\geq 99.996\%$ 的氮气或其他惰性气体。

7.2.1.4 试样皿,例如由不锈钢或陶瓷材料制成的舟或皿。

7.2.2 试验步骤

7.2.2.1 设定电炉温度为 $(450 \pm 5)^\circ\text{C}$ (或生产商提供的分解温度),并向电炉内充入惰性气体(见 7.2.1.3),将试样皿(见 7.2.1.4)放入电炉(见 7.2.1.2)加热 15 min 后取出,放至干燥器中冷却至室温,称量其质量(m_7),精确到 0.1 mg。

7.2.2.2 称取 $(2 \pm 0.1)\text{g}$ 试样,精确到 0.1 mg(m_6)。

7.2.2.3 调节惰性气体的流量,确保在 1 min 内将电炉内的空气清扫干净。

7.2.2.4 将试样放在 7.2.2.1 中称量过的试样皿中,放入电炉内。

7.2.2.5 在 $(450 \pm 5)^\circ\text{C}$ (或生产商提供的分解温度)的电炉中加热试样和试样皿 15^{+10}_0 min,使上浆剂分解,期间惰性气体流量要增加一倍。

7.2.2.6 关闭电炉,在电炉里冷却试样,期间仍保持原先的惰性气体流量。当试样皿中的试样充分冷却后,将其放入干燥器中继续冷却。在转移的过程中,如试样呈红色,则放弃该试样重新取样。

7.2.2.7 将试样和试样皿在干燥器中冷却至室温,称量试样和试样皿的质量(m_8),精确到 0.1 mg。

7.2.2.8 如果分解的温度和时间引起碳纤维质量的明显损失,应引入修正因子(K),可通过不含上浆剂纤维的空白试验来确定。修正因子(K)按式(3)计算:

$$K = \frac{m_0}{m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

K ——修正因子,不含上浆剂的碳纤维空白试样通过高温分解测试后计算得到的纤维质量损失率;

m ——空白试样初始质量,单位为克(g);

m_0 ——空白试样高温分解后的质量,单位为克(g)。

7.2.2.9 如可能,可简化操作,不必使用试样皿。

7.2.3 试验数据处理

按式(4)计算上浆剂含量 SC:

$$SC = \left(1 - \frac{m_8 - m_7}{K m_6}\right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 m_6 ——分解前的试样质量，单位为克(g)；
 m_7 ——试样皿的质量，单位为克(g)；
 m_8 ——分解后试样和试样皿的总质量，单位为克(g)。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容。

- a) 本文件编号。
- b) 碳纤维的生产企业、类型和牌号、丝束规格、上浆剂类型等。
- c) 试验方法和条件，包括以下细节：
 - 方法 A：使用的溶剂；
 - 方法 B：分解的温度和时间、使用的惰性气体成分及分解前后纤维实物照片。
- d) 试验结果：所有测量值的算数平均值，如有需要给出单个测量值。
- e) 试验日期。
- f) 可能影响结果的任何细节或因素。
