

中华人民共和国国家标准

GB/T 29762—2013

碳纤维 纤维直径和横截面积的测定

Carbon fibre—Determination of filament diameter and cross-section area

(ISO 11567:1995, MOD)

2013-09-18 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 11567:1995《碳纤维 长丝直径与横截面积的测定》。

本标准与 ISO 11567:1995 相比,在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况参见附录 A。

本标准与 ISO 11567:1995 相比,在技术上的差异及原因如下:

- 删除了 ISO 11567:1995 第 2 章“规范性引用文件”中 ISO 11566,用 GB/T 7690.1 代替 ISO 10120:1991,方便国内按照本标准进行试验时查阅;
- 方法 B 光学显微镜法中增加了 6.1.4.2“不使用试样框”的方法,方便操作;
- 方法 B 中增加了 6.2“扫描电子显微镜法”;
- 将方法 C 中的“拍照法”改为“图像分析法”,测试更为简捷;
- 增加了方法 A、方法 B 和方法 C 的精密度,完善标准。

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。

本标准负责起草单位:南京玻璃纤维研究设计院有限公司、中简科技发展有限公司、安徽佳力奇航天碳纤维有限公司、国家玻璃纤维产品质量监督检验中心、威海拓展纤维有限公司。

本标准参加起草单位:江苏天鸟高新技术股份有限公司、常州市宏发纵横新材料科技股份有限公司。

本标准主要起草人:许敏、王玉梅、陈尚、师卓、黄英、徐琪、方允伟、杨永岗、梁禹鑫、李书乡。

碳纤维 纤维直径和横截面积的测定

1 范围

本标准规定了四种可用于测定碳纤维纤维直径和横截面积的方法。本标准中“直径”这个术语适用于所有截面形状,包括圆形截面的“真”直径和非圆形截面的“表观”直径。

注:不同供应商的碳纤维单丝的横截面形状可能差异很大。

本标准适用于碳纤维丝束、碳纤维纱、碳纤维织物等。本标准所给出的某一种方法可能无法直接适用于所有类型的纤维,参照产品规范选择合适的方法。如果没有产品规范,参照本标准中给出的细节作出合适的选择。

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 7690.1 增强材料 纱线试验方法 第1部分:线密度的测定

ISO 10119 碳纤维 密度的测定(Carbon fibre—Determination of density)

3 原理

本标准给出了四种测定碳纤维纤维直径和横截面积的方法:

- 方法 A:通过计算测定纤维直径。
- 方法 B:用光学显微镜或扫描电子显微镜测定纤维直径。
- 方法 C:用显微镜测定横向切割的纤维直径和横截面积。
- 方法 D:用激光衍射测定纤维直径。

注:方法 A 只能给出平均直径,可能在某些情况下已经足够。而方法 B、方法 C 和方法 D 是实验方法,给出的是实测值。

4 试样

4.1 总则

对于方法 B、方法 C 和方法 D,由于不同的单丝之间或者同一单丝的不同位置会存在差异,每个纱线样品应测量 20 根单丝,并给出测试数据的统计分析。

试样应取自同一纱线样品。

4.2 方法 A

取完整的纱束为测试试样,纱束的长度按 GB/T 7690.1 和 ISO 10119 的规定。

4.3 方法 B

从纱线上取长度约为 50 mm 的单丝(使用试样框)或 25 mm 的纤维束(不使用试样框)作为试样。

4.4 方法 C

取长度约为 30 mm 的纱线作为试样。

4.5 方法 D

从纱线上取长度约为 50 mm 的单丝作为试样。

5 方法 A:通过计算测定纤维直径

5.1 过程

按纱线的线密度、密度和纱线中单丝的根数计算单丝的平均直径,其中,纱线线密度按 GB/T 7690.1 测定,密度按 ISO 10119 测定,纱线中单丝的根数由制造商提供。

按式(1)计算单丝平均直径 d ,单位为微米(μm):

$$d = \sqrt{\frac{4t \times 10^3}{\pi \cdot \rho \cdot c}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- t ——纱线的线密度,单位为特克斯(tex);
- ρ ——纱线的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- c ——纱线中单丝的根数。

5.2 精密度

方法 A 的精密度通过 9 个实验室对四种样品进行的循环比对试验获得,见表 1。

表 1 方法 A 测定碳纤维纤维直径的精密度

样品	纤维直径 μm	S_r μm	S_R μm	r	R
1-3K (含浸润剂)	7.0	0	0.05	0	0.15
1-3K (不含浸润剂)	6.9	0.05	0.05	0.15	0.15
2-12K (含浸润剂)	6.9	0.05	0.03	0.15	0.09
2-12K (不含浸润剂)	6.9	0.04	0.02	0.12	0.06
注: S_r 表示同一实验室测试结果的标准差; S_R 表示不同实验室测试结果的标准差; r 表示同一实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_r$,这里 K 取 3; R 表示不同实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_R$,这里 K 取 3。					

6 方法 B:用光学显微镜或扫描电子显微镜测定纤维直径

6.1 光学显微镜法

6.1.1 原理

通过光学显微镜测量单丝纵侧面两个边缘之间的距离得到单丝的表观直径。如果需要同时测量单丝的拉伸性能,建议使用试样框,否则可以不使用试样框。

注:该方法的准确度受限于衍射效应,当纤维直径小于 10 μm 时不建议使用该方法。

6.1.2 仪器

6.1.2.1 显微镜,包括照明光源、调焦机构、载物台、物镜和特定的目镜(如 6.1.5 所述)。载物台应当保持水平,能向两个互相垂直的方向移动,并能旋转。

物镜和目镜至少要有 100 倍的放大倍率来找到纤维和 1 000 倍的放大倍率来测试纤维直径。

6.1.2.2 试样框,含有长孔,如图 1 所示。

单位为毫米

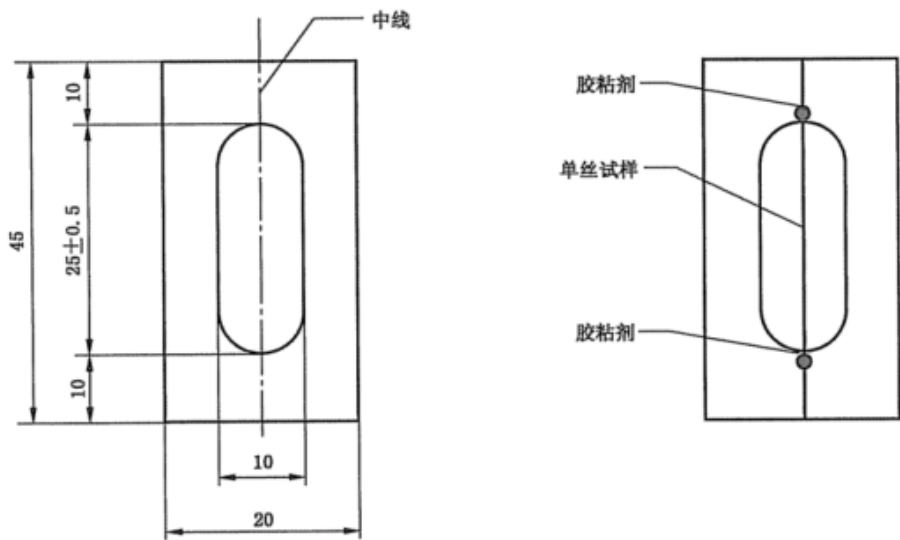


图 1 试样框和粘结在试样框上的试样

6.1.3 显微镜的校准

用一个台式测微计和分度为百分之一毫米的刻度目镜来校准显微镜。

6.1.4 试样的制备

6.1.4.1 使用试样框

将一根单丝置于试样框的长孔中线位置,先用胶带暂时地将单丝的一端粘住,轻轻地将单丝拉直,另一端也用胶带暂时粘住。

在试样框的长孔两端各滴一滴胶粘剂使单丝与试样框粘结牢固。

6.1.4.2 不使用试样框

取长度不超过 25 mm 的纤维束作为试样。

6.1.5 操作

将试样置于载玻片上(如果不使用试样框,应将纤维束分开,使之呈一根根单丝的状态),加入液体介质。应选择在 20℃时折射率在 1.43~1.53 之间的液体介质,且不吸湿,不影响纤维的直径。雪松油、石蜡油是合适的液体介质。

移动显微镜的载物台,使光束照在单丝所在区域。调节目镜使聚焦在十字线上。

移动的十字线包含两根相互垂直的固定的线和两条可分别沿着两条相互垂直固定线移动的线。十字线可以通过转动一个螺旋千分尺来移动,并不改变它的方向。

旋转目镜或载物台使移动线与被测单丝的轴向平行。调整焦距使单丝成像清晰,调节移动线分别与单丝的两个边完全重合。转动微分筒使其中一条移动线移动到与另一条线重合时,读取微分筒的刻度(N_r 格)。测量 20 根单丝。

6.1.6 结果表示

如果 n 是校正数,即 1 μm 对应于微分筒的格数,纤维直径 d 按式(2)计算,单位为微米(μm):

$$d = \frac{N_r}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

N_r ——读取的微分筒的刻度,单位为格;

n ——校正数,即 1 μm 对应于微分筒的格数。

6.2 扫描电子显微镜法

将一束纤维粘贴在黑色导电胶带上,置于扫描电镜的载物台上,对纤维束进行扫描得到单丝纵侧面的扫描图像,用图像分析软件在扫描图像上测量 20 根单丝纵侧面两个边缘之间的距离得到纤维直径。

6.3 精密度

方法 B 的精密度通过 4 个实验室对四种样品进行的循环比对试验获得,见表 2。

表 2 方法 B 测定碳纤维纤维直径的精密度

样品	纤维直径 μm	S_r μm	S_R μm	r	R
1-3K (含浸润剂)	6.9	0.08	0.23	0.24	0.69
1-3K (不含浸润剂)	7.0	0.07	0.24	0.21	0.72
2-12K (含浸润剂)	7.0	0.08	0.26	0.24	0.78
2-12K (不含浸润剂)	7.0	0.07	0.42	0.21	1.3
注: S_r 表示同一实验室测试结果的标准差; S_R 表示不同实验室测试结果的标准差; r 表示同一实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_r$,这里 K 取 3; R 表示不同实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_R$,这里 K 取 3。					

7 方法 C: 用显微镜测定横向切割的纤维直径和横截面积

7.1 原理

用光学显微镜或扫描电子显微镜观察垂直于纤维轴的截面或进行图像分析。

这种方法适用于平行纤维束,也可以直接用来检查单向复合材料中纤维的分布以及测量纤维的体积含量。当纤维横截面的形状不是圆形时,特别建议使用此方法。

注:方法 C 的准确度受限于光或电子束的衍射。纤维直径大于等于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 时推荐使用光学显微镜,小于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 时推荐使用扫描电子显微镜。

7.2 仪器

7.2.1 金相反射式光学显微镜;扫描电子显微镜。

7.2.2 数字图像采集设备。

7.2.3 数字图像检测与分析系统。

7.2.4 抛光机。

注:数字图像采集设备和数字图像检测与分析系统对圆形截面的纤维不是必需的,但对非圆形截面的纤维是必需的。

7.3 试验步骤

7.3.1 光学显微镜法

7.3.1.1 试样的制备

取长度为 30 mm 的纱线试样,用未固化的树脂(例如不饱和聚酯树脂)包裹,然后使树脂固化。用抛光机将该固化树脂中垂直于纱线轴向的一面抛光。

用砂纸和氧化铝粉或金刚石研磨膏对该抛光面进行抛光,直至形成一个非常光洁的表面。用光学显微镜检查表面光洁度。

详细试样制备过程见附录 B。

7.3.1.2 操作

将试样置于载物台上,试样抛光表面朝上并垂直于光轴。

调整焦距使单丝成像清晰,调节移动线分别与单丝横截面的两端相切。转动微分筒使其中一条移动线移动到与另一条线重合时,读取微分筒的刻度(N , 格)。

通常使用 $1\ 000\sim 1\ 500$ 的放大倍率。如可能,应使用偏振光,以提高图像的清晰度和对比度。

如通过数字图像采集设备来测定纤维直径,应选择具有代表性的区域,图像的倍率应与纤维放大的影像相同,在随后的处理中不得改变图像的尺寸。

可在相同条件下拍摄一个标准物镜标尺来测定实际的放大倍率。

7.3.2 扫描电子显微镜法

将一束纤维粘贴在黑色导电胶带上,置于扫描电镜的载物台上,扫描纤维的横截面,得到单丝横截面的扫描图像,用图像分析软件对扫描图像进行分析。

7.4 直径的测量

7.4.1 圆形截面的单丝

7.4.1.1 目测法

测量 20 根单丝的直径,并用测量的直径计算单丝的横截面积。

7.4.1.2 图像分析法

在图像上测量 20 根单丝的直径,通过除以放大倍率计算实际直径,用实际直径计算单丝的横截面积。

7.4.2 非圆形截面的纤维

7.4.2.1 目测法

不适用。

7.4.2.2 图像分析法

用图像检测与分析系统在图像上测量每根单丝的横截面积,除以放大倍率的平方得到单丝横截面积 S ,单位为平方微米(μm^2)。

按式(3)计算单丝表观直径 d ,单位为微米(μm):

$$d=2\sqrt{\frac{s}{\pi}} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

s ——单丝的横截面积,单位为平方微米(μm^2)。

7.5 精密度

方法 C 测定圆形截面碳纤维纤维直径和横截面积的精密度通过 4 个实验室对四种样品进行的循环比对试验获得,见表 3,表 4。

表 3 方法 C 测定碳纤维纤维直径的精密度

样品	纤维直径 μm	S_r μm	S_R μm	r	R
1-3K (含浸润剂)	7.2	0.19	0.36	0.57	1.1
1-3K (不含浸润剂)	7.3	0	0.24	0	0.72
2-12K (含浸润剂)	7.1	0.10	0.20	0.30	0.60
2-12K (不含浸润剂)	7.2	0.10	0.26	0.30	0.78
注: S_r 表示同一实验室测试结果的标准差; S_R 表示不同实验室测试结果的标准差; r 表示同一实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_r$,这里 K 取 3; R 表示不同实验室两个测试结果的临界差,即包含因子 $K \times S_R$,这里 K 取 3。					

表 4 方法 C 测定碳纤维横截面积的精密密度

样品	横截面积 μm^2	S_r μm^2	S_R μm^2	r	R
1-3K (含浸润剂)	40.9	1.3	3.9	3.9	11.7
1-3K (不含浸润剂)	42.0	0.36	2.9	1.1	8.7
2-12K (含浸润剂)	39.6	0.95	2.2	2.8	6.6
2-12K (不含浸润剂)	40.7	0.71	3.2	2.1	9.6
注： S_r 表示同一实验室测试结果的标准差； S_R 表示不同实验室测试结果的标准差； r 表示同一实验室两个测试结果的临界差，即包含因子 $K \times S_r$，这里 K 取 3； R 表示不同实验室两个测试结果的临界差，即包含因子 $K \times S_R$，这里 K 取 3。					

8 方法 D：用激光衍射测定纤维直径

8.1 原理

用相干单色光(例如激光束)照射一根单丝，两个衍射条纹在屏幕上的距离是直径的函数。通过两个条纹间的距离、光的波长和系统的焦距计算纤维直径。

注：方法 D 适用于圆形截面纤维直径的测定，对非圆形截面，这种方法给出的是表观直径。

8.2 仪器

8.2.1 氦氖激光发射器，功率为 2 mW，或其他型号的发射器。

8.2.2 试样架，带有可夹持试样框(6.1.2.2)的测角仪。

8.2.3 屏幕，用白纸板制成。

8.2.4 直尺，刻度为毫米。

8.3 试样的制备

试样同方法 B(见 6.1.4.1)。

8.4 操作

将试样安装在试样架上，置于激光束的光路中，在屏幕上呈现出衍射条纹。

用直尺测量衍射条纹最接近中心的两个黑色条纹中点间的距离。

将试样旋转 15°，用测角仪来确定角度，重新测量。每间隔 15°重复这个过程，一直到 165°，得到单丝的平均直径。

8.5 结果表示

按式(4)计算每次测量的纤维直径 d , 单位为微米(μm):

$$d = \frac{\lambda D}{l} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- λ —— 激光的波长, 单位为微米(μm) (如果是氦氖激光, $\lambda=0.632\ \mu\text{m}$);
- D —— 试样到屏幕的距离, 单位为毫米(mm);
- l —— 衍射条纹最接近中心的两个黑色条纹中点间距离的一半, 单位为毫米(mm)。

8.6 精密度

由于没有得到不同实验室的数据, 方法 D 的精密度未知。一旦获得不同实验室的数据, 后续版本中将增加精密度表述。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 说明按本标准及所选用的方法(A、B、C 或 D);
- b) 识别被测纱线的必要详情;
- c) 纤维直径、平均值及变异系数、横截面积、平均值及变异系数;
- d) 本标准中未提到的任何操作细节, 以及可能影响结果的任何因素。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 11567:1995 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 11567:1995 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 11567:1995 章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 11567:1995 章条编号
4.1	4 的第一、二段
4.2	4.1
4.3 的前半段,4.5	4.2
4.4	4.3
5.1	5
5.2	—
6.1	—
6.1.1~6.1.2	6.1~6.2
6.1.2.1~6.1.2.2	6.2.1~6.2.2
6.1.3~6.1.4	6.3~6.4
—	6.4.1
6.1.4.1	6.4.2
6.1.4.2	—
6.1.5~6.1.6	6.5~6.6
6.2	—
6.3	—
7.2.2,7.2.3	—
—	7.2.2~7.2.5
7.2.4	7.2.6
7.3.1	—
7.3.1.1	7.3
7.3.1.2	7.4 第一段,7.4.1
7.3.2	7.4.2
7.4	7.5
7.4.1	7.5.1
7.4.1.1~7.4.1.2	7.5.1.1~7.5.1.2
7.4.2	7.5.2
7.4.2.1~7.4.2.2	7.5.2.1~7.5.2.2
7.5	—

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应的 ISO 11567:1995 章条编号
8.6	—
—	9
9	10
附录 A	—
附录 B	附录 A

附录 B

(资料性附录)

方法 C 中试样制备推荐方法

B.1 仪器和材料

B.1.1 包裹树脂,可室温固化的树脂,如不饱和聚酯树脂,环氧树脂或不饱和聚酯树脂和丙烯酸树脂混合物。

B.1.2 一次性塑料杯,容积 100 mL 至 200 mL。

B.1.3 玻璃或塑料管,直径约 30 mL,长度约 20 mL。

B.1.4 玻璃板,平坦光滑,尺寸为 300 mL×300 mL。

B.1.5 双面胶带。

B.1.6 抛光机,带有喷水管,用来制备金属试样的抛光机可适用。

B.1.7 耐水砂纸,各种颗粒型号(从 100 目~800 目)。

B.1.8 抛光布,粘胶缎或麂皮。

B.1.9 研磨粉(氧化铝粉末或金刚石研磨膏),用来制备金属试样的研磨粉可适用。

B.2 操作

在玻璃板上粘贴 40 mm×40 mm 的双面胶带(B.1.5)。

在玻璃或塑料管(B.1.3)内涂覆脱模剂(如硅脂),以方便树脂块从管内取出。将玻璃或塑料管的一端粘贴到玻璃板上的双面胶带上。

玻璃板水平放置,将纱线试样垂直放入管内。建议把纱线一端系到铁丝上,将铁丝横放在管子顶部,同一根管子可以悬挂多个试样。

在一次性塑料杯(B.1.2)中配制树脂(B.1.1)。

把树脂倒入管内,在室温下固化。如果树脂固化不充分,可在烘箱中进一步固化。

将固化的树脂从管子中取出。

用抛光机将该固化树脂中垂直于纱线轴向的一面抛光,先用 100 目~150 目的砂纸和流动水打磨,再逐渐换用更细颗粒的砂纸(至 800 目)继续抛光。

最后,在抛光机上用氧化铝粉或钻石研磨膏(B.1.9)抛光,用抛光布(B.1.8)直到抛光面在 1 500 倍光学显微镜下观测看不到划痕。

使用的典型条件:

——转盘转速:200 转/min;

——负载:1 N~2 N;

——磨料浓度:2 g/L~5 g/L;

——流量:20 滴/min~40 滴/min;

——时间:5 h。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
碳纤维 纤维直径和横截面积的测定
GB/T 29762—2013

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2013年12月第一版 2013年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47861 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29762-2013

打印日期: 2013年12月26日 F009