



中华人民共和国国家标准

GB/T 31292—2014

碳纤维 碳含量的测定 燃烧吸收法

Carbon fibre—Determination of carbon content—
Combustion absorption method

2014-12-05 发布

2015-10-01 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、广州金发碳纤维新材料发展有限公司、国家玻璃纤维产品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位:威海拓展纤维有限公司。

本标准主要起草人:李勇、王玉梅、陈尚、杨勇、周琴、王玲、廖兵、李志鹏。

碳纤维 碳含量的测定 燃烧吸收法

1 范围

本标准规定了燃烧吸收法测定碳纤维中碳含量的方法。

本标准适用于碳纤维丝束、长丝、短纤维、机织物、编织物和针织物等碳纤维及制品。

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 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧

GB/T 29761 碳纤维 浸润剂含量的测定

3 原理

碳在氧气中燃烧生成二氧化碳,用吸收剂吸收所产生的二氧化碳,由吸收剂的增量计算碳的质量分数。

4 试样制备

4.1 试样预处理

碳纤维应按 GB/T 29761 的规定除去碳纤维的浸润剂。必要时用蒸馏水清洗后于 105 ℃~110 ℃烘干,置于干燥器中冷却至室温备用。

4.2 试样粉碎

将样品剪成小于 0.5 mm 的小段或用玛瑙研钵研磨至 0.5 mm 以下,不少于 1 g,混匀。将粉碎的试样放入称量瓶中,于 105 ℃~110 ℃烘箱中烘干至恒重,置于干燥器中备用。

5 试剂与材料

5.1 铬酸铅,分析纯,将铬酸铅放入烧杯中,用蒸馏水调成糊状,放入烘箱,80 ℃保持 0.5 h,制成直径为 1 cm 的球体,置于马弗炉中,在 600 ℃下灼烧 1 h,取出,冷却。

5.2 线状氧化铜,分析纯,长约 5 mm。

5.3 银丝卷,高纯,丝直径约 0.2 mm,将其卷成长度约 30 mm,直径约 22 mm 的实心圆柱体。

5.4 铜丝卷,高纯,取 125 目的铜网,将其卷成长度约 30 mm,直径约 22 mm 的实心圆柱体。

5.5 碱石棉,分析纯。

5.6 粒状二氧化锰,分析纯,取粒度 0.5 mm~2 mm,在 150 ℃±3 ℃下干燥 2 h~3 h。

5.7 三氧化钨,分析纯。

5.8 钠石灰,分析纯,使用前在 105 ℃~110 ℃下干燥不小于 1 h。

5.9 无水氯化钙,分析纯。

5.10 硫酸,分析纯。

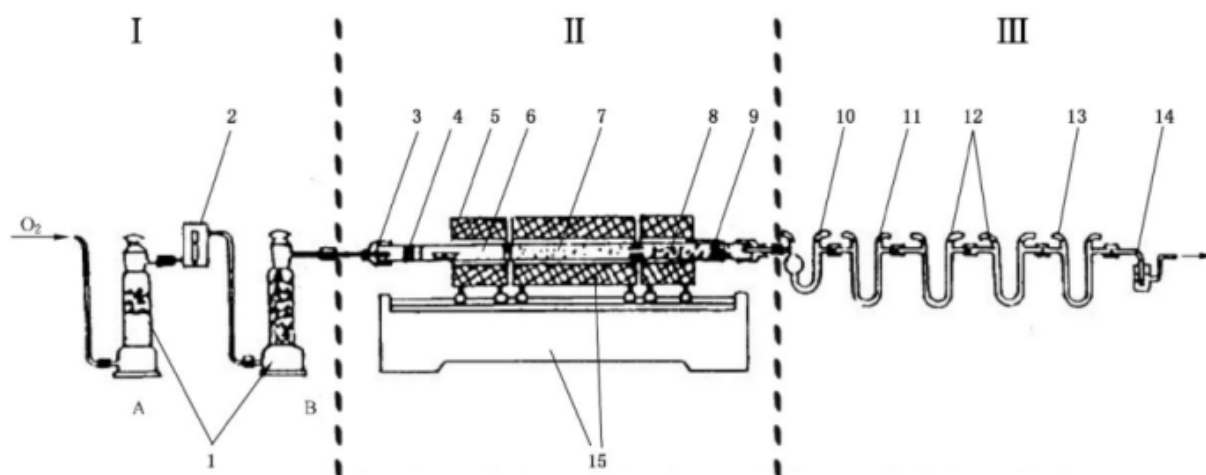
5.11 纯氧,符合 GB/T 14599 的规定。

5.12 燃烧舟,素瓷或石英制成,内槽宽不小于 10 mm,长不小于 90 mm,壁厚 2 mm。

6 仪器

6.1 碳含量测定仪

6.1.1 碳含量测定仪由氧气净化系统、燃烧系统、二氧化碳吸收系统三个部分组成,结构如图 1 所示。



说明:

- | | |
|------------------|--------------------|
| I —— 氧气净化系统; | 7 —— 线性氧化铜; |
| II —— 燃烧系统; | 8 —— 铬酸铅; |
| III —— 二氧化碳吸收系统; | 9 —— 银丝卷; |
| 1 —— 气体干燥塔; | 10 —— 吸水 U 形管; |
| 2 —— 流量计; | 11 —— 除氮 U 形管; |
| 3 —— 硅橡胶塞; | 12 —— 吸收二氧化碳 U 形管; |
| 4 —— 铜丝卷; | 13 —— 空 U 形管; |
| 5 —— 燃烧舟; | 14 —— 气泡计; |
| 6 —— 燃烧管; | 15 —— 三节炉及控温装置。 |

图 1 碳含量测定仪示意图

6.1.2 氧气净化系统(以下简称净化系统),由以下两部分组成:

- 气体干燥塔,见图 1 中 A 和 B。A 上半部分装无水氯化钙,下半部分装碱石棉;B 装无水氯化钙;
- 流量计,最大流量 150 mL/min。

6.1.3 燃烧系统,由带有控温装置的三节炉和燃烧管组成:

- 控温三节炉,炉膛直径 40 mm,第一节长 230 mm,可加热到 $(850 \pm 10)^\circ\text{C}$,可沿水平方向移动;第二节长 330 mm~350 mm,可加热到 $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$;第三节长 130 mm~150 mm,可加热到 $(600 \pm 10)^\circ\text{C}$;
- 燃烧管,不锈钢管或石英管,长约 800 mm,内径 20 mm~22 mm,壁厚约 2 mm,两端附有硅橡胶

胶塞密封。

6.1.4 二氧化碳吸收系统(以下简称吸收系统),由数个硅橡胶管串联的 U 形管组成:

- 除水 U 形管,形状及尺寸见图 2,内装无水氯化钙;
- 除氮 U 形管,形状及尺寸见图 3,前 2/3 装粒状二氧化锰,后 1/3 装无水氯化钙;
- 吸收二氧化碳 U 形管,由两个相同的 U 形管串联,形状及尺寸见图 4。每个 U 形管前 2/3 装钠石灰,后 1/3 装无水氯化钙;
- 空 U 形管,形状和尺寸与吸收二氧化碳 U 形管相同,详见图 5,空置;
- 气泡计:容量约 10 mL,内装浓硫酸。

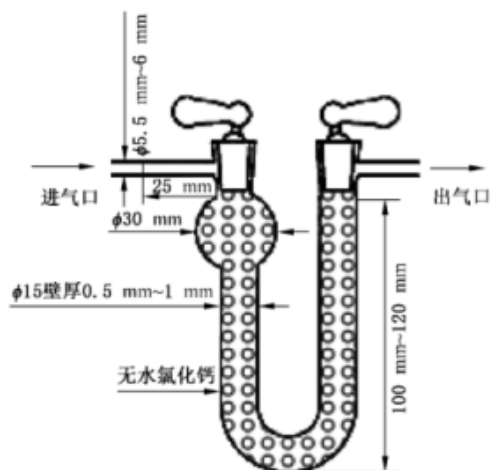


图 2 除水 U 形管

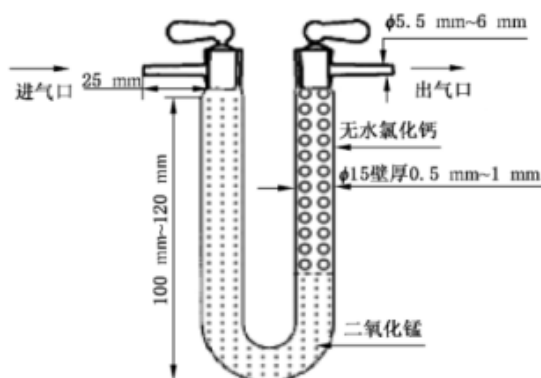


图 3 除氮 U 形管

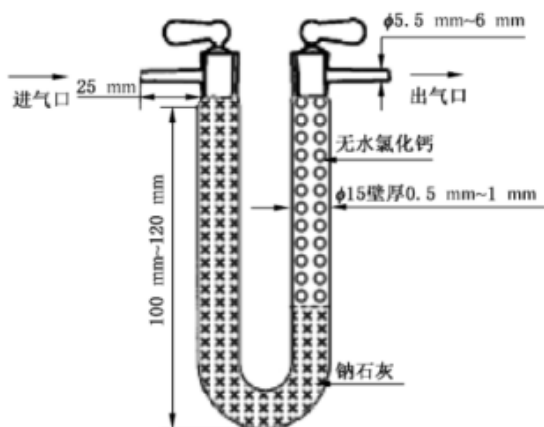


图 4 吸收二氧化碳 U 形管

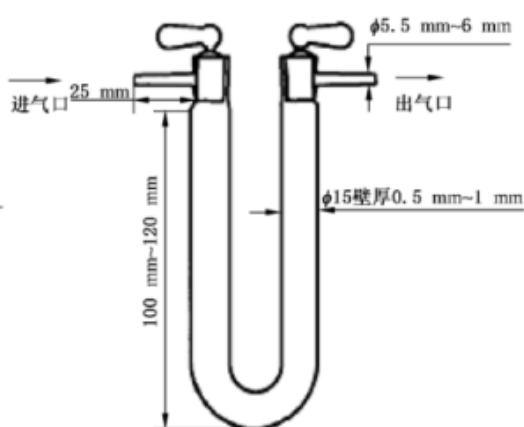


图 5 空 U 形管

6.2 分析天平

精确到 0.1 mg,最大称样量不小于 200 g。

7 试验准备

7.1 净化系统和吸收系统的充填和连接

在净化系统和吸收系统各组成部分的容器中装入相应的试剂,接口处涂少量真空硅脂,分别称取两个二氧化碳吸收 U 形管质量,精确至 0.1 mg,记为 m_{10} 和 m_{20} 。按图 1 所示顺序连接。

7.2 燃烧管的填充

从燃烧管出气口端起,空 50 mm,依次充填 30 mm 银丝卷,30 mm 铜丝卷,130 mm~150 mm 铬酸铅,30 mm 铜丝卷,330 mm~350 mm 线状氧化铜,30 mm 铜丝卷,空 310 mm,再填充 100 mm 铜丝卷。两端用插有玻璃管的硅橡胶塞封堵,用硅橡胶管分别与净化系统和吸收系统连接。燃烧管填充示意图见图 6。

单位为毫米

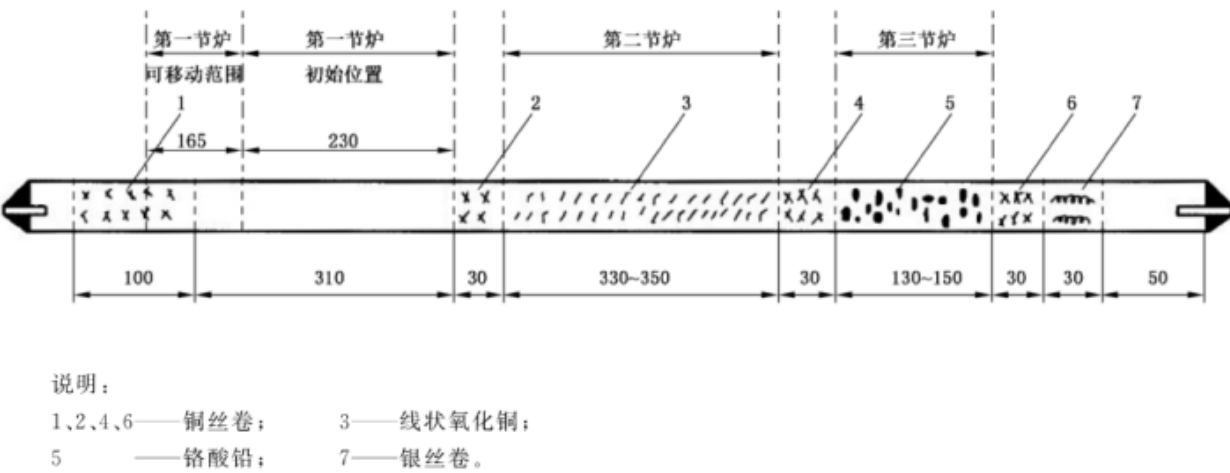


图 6 燃烧管填充示意图

7.3 气密性检查

按图 1 所示将净化系统、燃烧系统和吸收系统连接,将整个装置中所有的旋塞阀打开,接通氧气,调节氧气流量为 120 mL/min。关闭吸收系统中的空 U 形管旋塞阀,若氧气流量降至 20 mL/min 以下,则认为整个系统气密性可靠;否则,应逐个检查整个装置的各个连接处、旋塞阀,直至查出漏气处,予以解决。

8 试验步骤

8.1 试验次数

同一试样,至少独立测定两次。

8.2 空白试验

8.2.1 各节炉的位置如图 6 所示,通电升温,打开装置中所有的旋塞阀,接通氧气,调节流量为 120 mL/min,试验过程中始终保持此流量。

8.2.2 在升温过程中将第一节炉在燃烧管上可移动的部位轮流保持数分钟。待燃烧系统中各节炉的

温度达到 6.1.2 中所述的温度后,将第一节炉移至初始位置。

8.2.3 称取 0.20 g 三氧化钨置于燃烧舟中,打开燃烧管进气口的硅橡胶塞,取出铜丝卷,将燃烧舟推至第一节炉入口处,放入铜丝卷,塞紧硅橡胶塞,移动第一节炉,使燃烧舟位于炉子中心,20 min 后将第一节炉移回原位。

8.2.4 2 min 后关闭吸收系统所有的旋塞阀,取下两个吸收二氧化碳 U 形管,用绒布擦净,置于密封容器内,10 min 后分别称量,精确至 0.1 mg。若第二个吸收二氧化碳 U 形管质量增加超过 0.050 g,应更换第一个 U 形管中的二氧化碳吸附剂。

8.2.5 重复 8.2.3 和 8.2.4 的步骤,直至两个吸收二氧化碳 U 形管质量变化不超过 0.000 5 g,最后一次称量的吸收二氧化碳 U 形管质量即为空白值,记为 m_{11} 和 m_{21} 。

注:空气湿度大时,U 型管的质量波动较大,可置于装有硅胶的密闭容器内。

8.3 样品测试

8.3.1 紧接空白试验,将各节炉温稳定至 6.1.2 中所述的温度。

8.3.2 称取 0.1 g 试样,精确至 0.1 mg,置于灼烧过的燃烧舟中,再称取 0.20 g 三氧化钨,均匀覆盖在试样上。

8.3.3 打开硅橡胶塞,取出铜丝卷,迅速将燃烧舟放入燃烧管中,使其前端刚好在第一节炉炉口,再放入铜丝卷,塞上硅橡胶塞,保持氧气流量为 120 mL/min。

8.3.4 2 min 后向净化系统移动第一节炉,使燃烧舟一半进入炉子;3 min 后,移动炉体,使燃烧舟全部进入炉子;再过 2 min 后,使燃烧舟位于第一节炉中央,保温 20 min 后,再将第一节炉移回原位。

8.3.5 2 min 后关闭吸收系统所有的旋塞阀,取下两个吸收二氧化碳 U 形管,用绒布擦净,置于密封容器内,10 min 后分别称量,精确至 0.1 mg。记为 m_{12} 和 m_{22} 。

8.4 结果计算

碳纤维中的碳含量按式(1)计算:

$$C = \frac{0.272\ 9 \times (m_{12} + m_{22} - m_{11} - m_{21})}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——碳纤维中碳含量,%;

m_{11} 、 m_{21} ——试验前吸收二氧化碳 U 形管的质量,单位为克(g);

m_{12} 、 m_{22} ——试验结束后吸收二氧化碳 U 形管的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.272 9 ——二氧化碳换算成碳的系数。

取两次试验结果的算术平均值作为测试结果,结果保留至小数点后两位。

9 精密度

重复性限为 0.50%。由于缺少不同实验室间的数据,暂不给出本方法的再现性限。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 样品标识、状态等;
- b) 使用的标准;

- c) 分析结果及表示；
 - d) 测定观察到的异常现象；
 - e) 与基本步骤的差异；
 - f) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
碳纤维 碳含量的测定 燃烧吸收法
GB/T 31292—2014

*

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

2014年12月第一版

*

书号: 155066 · 1-50475

版权专有 侵权必究



GB/T 31292-2014