



中华人民共和国国家标准

GB/T 29761—2013

碳纤维 浸润剂含量的测定

Carbon fibre—Determination of size content

(ISO 10548:2002, 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 10548:2002《碳纤维 浸润剂含量的测定》。

本标准与 ISO 10548:2002 相比在结构上有调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 10548:2002 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 10548:2002 相比,技术性差异及原因如下:

- 因为 ISO 1886:1990 已经废止,删除了 ISO 10548:2002 的第 2 章规范性引用文件中的 ISO 1886:1990;
- 因为 ISO 1886:1990 已删除,删除了 ISO 10548:2002 的第 5 章的第 2 段;
- 温湿度对测试结果有影响,增加了试样调湿的温湿度条件和时间;
- 方法 A 索氏萃取法中增加了试样的质量,试样及试样皿的干燥温度统一为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,增加可操作性;
- 方法 B 消解法中增加了试样的质量,试样及试样皿的干燥温度统一为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,增加可操作性;
- 方法 C 高温分解法中增加了试样的质量、分解的温度和时间,增加可操作性;
- 方法 B 和方法 C 的浸润剂含量计算公式中引入修正因子 k 的计算公式,增加可操作性;
- 第 7 章“精密度”中增加了关于方法精密度表述的内容和表 1。

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、安徽佳力奇航天碳纤维有限公司、中简科技发展有限公司、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。

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

碳纤维 浸润剂含量的测定

1 范围

本标准规定了碳纤维纱浸润剂含量的测定方法。
本方法适用于碳纤维及其制品。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

浸润剂 size

在生产过程中,涂覆于纤维上的化学物质,以保护纤维表面,优化纤维与基体材料的界面状态,便于操作和使用。

2.2

浸润剂含量 size content

浸润剂质量占含浸润剂碳纤维总质量的百分数。

3 原理

使用以下三种方法中的一种去除浸润剂,并称量试样去除浸润剂前后的质量。

- 方法 A 索氏萃取法,浸润剂能完全溶解于某一合适的溶剂时采用;
- 方法 B 硫酸和双氧水混合溶液消解法,浸润剂部分硬化不能完全溶解于溶剂时采用;
- 方法 C 高温分解法,浸润剂能在高温中完全分解时采用。

方法 A 和 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。如果碳纤维或其浸润剂易吸水,应特别注意。

4 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。

5 调湿

在试验前,应将单位产品或实验室样品在温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $50\%\pm 10\%$ 的标准环境下调湿至少 6 h。必要时,调湿处理前样品可进行干燥处理。

6 试验方法

6.1 方法 A:索氏萃取法

6.1.1 仪器和材料

6.1.1.1 天平,最小刻度为 0.1 mg。

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

6.1.1.3 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。

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

6.1.1.5 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。

警告:萃取和所有有机溶剂的处理应在通风橱里进行。

6.1.1.6 橡胶手套或镊子。

6.1.1.7 切刀。

6.1.1.8 加热炉,带有功率调节器,能调节溶剂沸腾速率。

6.1.1.9 一级蒸馏水或有机溶剂(分析纯),如丁酮、四氢呋喃、二氯甲烷、丙酮、二氯乙烷。

注:溶剂的选择取决于碳纤维的浸润剂的类型。

6.1.2 操作 1

6.1.2.1 将滤筒(6.1.1.5)在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱(6.1.1.2)内干燥 1 h,然后放入干燥器(6.1.1.3)中冷却至室温。

6.1.2.2 称量滤筒质量,精确到 $0.1\text{ mg}(m_1)$ 。

6.1.2.3 将 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样放入滤筒,称量试样和滤筒的质量,精确到 $0.1\text{ mg}(m_2)$ 。

6.1.2.4 将滤筒和试样放入索氏萃取器(6.1.1.4)中,在烧瓶中放入足够的溶剂以确保回流的循环进行。

6.1.2.5 调节加热炉(6.1.1.8)的功率,确保在 2 h 内至少完成 8 次回流,萃取 2 h(如果能确定萃取完全,萃取时间可以缩短)。

6.1.2.6 关掉加热炉,冷却 10 min,取出滤筒和试样,放置 10 min,使表面多余溶剂挥发。

6.1.2.7 将滤筒和试样放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 1 h(若溶剂的沸点高于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,则鼓风干燥烘箱的温度比沸点高 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$),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 。

6.1.2.8 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 $\pm 0.2\text{ mg}$ 。如能确定试样干燥至质量恒定的最短时间(见第 3 章),可省略此步骤。

6.1.3 操作 2

6.1.3.1 如果试样萃取时纤维不松散不脱落,则不必使用滤筒。

6.1.3.2 称取 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样,精确到 $0.1\text{ mg}(m_4)$ 。

6.1.3.3 按操作 1 进行萃取,但不使用滤筒。

6.1.3.4 将试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ [或更高的温度(见 6.1.2.7)]中干燥 1 h,然后放入干燥器中冷却,称量,精确到 0.1 mg 。

6.1.3.5 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 $\pm 0.2\text{ mg}$ 。如能确定试样干燥至质量恒定的最短时间(见第 3 章),可以省略此步骤。

6.1.4 结果表示

6.1.4.1 操作 1

按式(1)计算浸润剂含量 SC:

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

式中:

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);
 m_1 ——滤筒的初始质量,单位为克(g)。

6.1.4.2 操作 2

按式(2)计算浸润剂含量 SC:

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

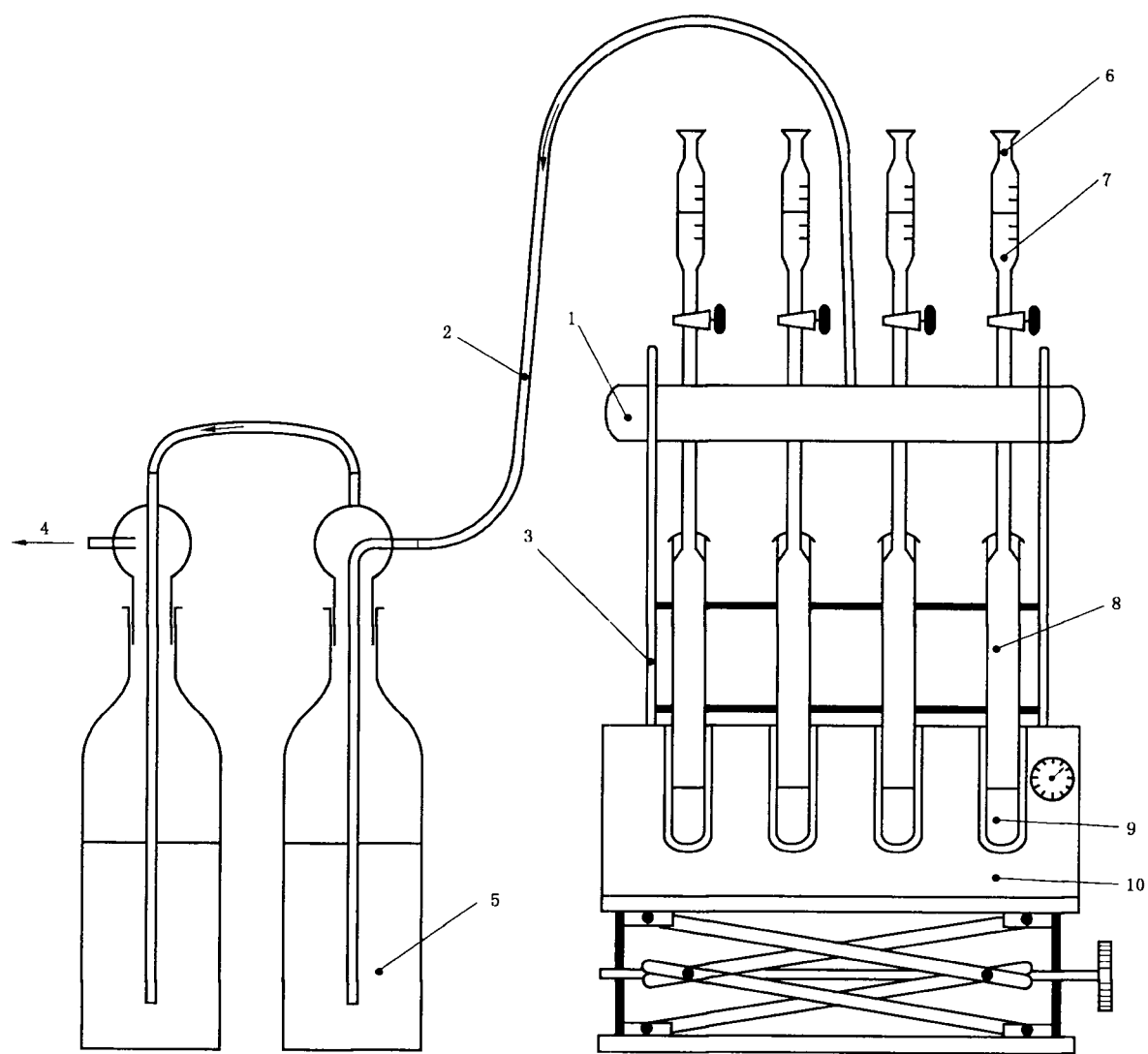
式中:

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)。

6.2 方法 B: 硫酸和双氧水混合溶液消解法

6.2.1 仪器和材料

- 6.2.1.1 天平,最小刻度为 0.1 mg。
- 6.2.1.2 鼓风干燥烘箱,温度能控制在所选择温度±5℃范围内。
- 6.2.1.3 干燥器,包括适宜的干燥剂,例如硅胶、无水氯化钙或五氧化二磷。
- 6.2.1.4 通风橱。
- 6.2.1.5 橡胶手套,面罩和实验服。
- 6.2.1.6 烧结多孔过滤器,规格型号 P40,容量为 30 mL~70 mL。
- 6.2.1.7 切刀。
- 6.2.1.8 干浴加热器(见图 1),配有与洗涤系统和真空泵相连接的排气管,还配有消解试管的固定支架和标有刻度的滴定管。加热器应放在一个安全的实验室升降台或具有相同功能的装置上。
- 6.2.1.9 浓硫酸,分析纯,质量分数≥96%,密度 $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。
- 6.2.1.10 双氧水,分析纯, H_2O_2 质量分数≥30%,在操作中使用质量分数为 30%的双氧水。
- 6.2.1.11 氢氧化钠溶液,分析纯,氢氧化钠质量分数大约为 15%,用以中和从排气管排出的酸雾。



- 说明：
- 1 ——排气管；
 - 2 ——酸雾的排放管；
 - 3 ——支架；
 - 4 ——真空泵；
 - 5 ——氢氧化钠溶液；
 - 6 ——滴定管；
 - 7 ——双氧水；
 - 8 ——消解试管；
 - 9 ——浸在浓硫酸中的试样；
 - 10 ——加热器。

图 1 方法 B 化学消解法的仪器示意图

6.2.2 操作

警告：此操作必须在通风橱里进行。在进行氧化反应时，通风橱的门必须放低，试验人员必须穿戴面罩，手套和实验服。

- 6.2.2.1 将加热器(6.2.1.8)在 260 °C±5 °C 的温度下预热 20 min。
- 6.2.2.2 在每个滴定管中加入约 30 mL 的双氧水(6.2.1.10)。
- 6.2.2.3 称取 1 g±0.1 g 试样,精确到 0.1 mg(m_1),放入消解试管中。加入至少 50 mL 的浓硫酸(6.2.1.9),振荡试管确保试样完全浸没于酸中,将试管置于支架上。
- 6.2.2.4 将排气管放到试管(见 6.2.1.8)的上方。
- 6.2.2.5 启动真空泵。
- 6.2.2.6 慢慢地打开装有双氧水的滴定管,向每个试管中滴加 20 mL 的双氧水。随着反应的开始将出现烟雾。
- 6.2.2.7 将加热器提升到与消解试管接触,对试管进行加热。
- 6.2.2.8 将试管在 260 °C±5 °C 下加热 5 min。
- 6.2.2.9 移去加热器,如果溶液不清澈,冷却 5 min 后再加入 10 mL 的双氧水,重复 6.2.2.7~6.2.2.8,如溶液还不清澈,则重新取样。
- 6.2.2.10 将试样冷却至室温。
- 6.2.2.11 将烧结多孔过滤器(6.2.1.6)(一个试样用一个)在 105 °C±5 °C 的鼓风干燥烘箱(6.2.1.2)中放置 1 h,然后在干燥器(6.2.1.3)中冷却,称取其质量(m_2)精确到 0.1 mg。
- 6.2.2.12 用烧结多孔过滤器缓慢滤除每个试管中的溶剂,用蒸馏水洗涤每个试样,直至 pH 试纸显示中性。
- 6.2.2.13 将烧结多孔过滤器和试样放入鼓风干燥烘箱中,在 105 °C±5 °C 下干燥 1 h,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确到 0.1 mg。
- 6.2.2.14 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 3 章),可以省略此步骤。
- 6.2.2.15 如果消解引起碳纤维质量的明显损失,应引入修正因子 k ,可通过不含浸润剂纤维的空白试验来确定。修正因子 k 按式(3)计算:

$$k = \frac{m_0}{m}$$

.....(3)

式中:
 m ——空白试样初始质量,单位为克(g);
 m_0 ——空白试样消解后的质量,单位为克(g)。

6.2.3 结果表示

按式(4)计算浸润剂含量 SC:

$$SC = 1 - \frac{m_3 - m_2}{km_1} \times 100\%$$

.....(4)

式中:
 m_1 ——消解前试样的质量,单位为克(g);
 m_3 ——消解后烧结多孔过滤器和试样的质量,单位为克(g);
 m_2 ——烧结多孔过滤器的质量,单位为克(g)。

6.3 方法 C: 高温分解法

6.3.1 原理

将试样放入温度高于浸润剂的分解温度并充满氮气的电炉中,通过高温分解去除浸润剂。

注: 分解温度是指浸润剂完全分解并被氮气带走的温度。浸润剂分解是温度和时间的函数。纱的生产商有义务明示浸润剂的分解条件。

6.3.2 仪器

6.3.2.1 天平,最小刻度为 0.1 mg。

- 6.3.2.2 电炉,温度能控制在所选择温度±5℃范围内。
- 6.3.2.3 氮气供给装置,包括减压阀、流量计和连接管,氮气纯度≥99.996%。
- 6.3.2.4 试样皿,例如由不锈钢或陶瓷材料制成的舟或皿。

6.3.3 操作

- 6.3.3.1 试样皿(6.3.2.4)在电炉(6.3.2.2)内加热 15 min,电炉温度为 450℃±5℃(或生产商提供的分解温度),同时向电炉内充入氮气(6.3.2.3)。将试样皿在干燥器中冷却至室温,称量其质量(m_2),精确到 0.1 mg。
- 6.3.3.2 称取 2 g±0.1 g 试样,精确到 0.1 mg(m_1)。
- 6.3.3.3 调节氮气的流量,确保在 1 min 内将电炉内的空气清扫干净。
- 6.3.3.4 将试样放入已称量过的试样皿中,放入电炉内。
- 6.3.3.5 在 450℃±5℃(或生产商提供的分解温度)的电炉中加热试样和试样皿 15⁺¹⁰₀ min,使浸润剂分解,期间氮气流量要增加一倍。
- 6.3.3.6 关闭电炉,让试样在电炉里冷却,期间仍保持原先的氮气流量。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。在转移到干燥器时,须确定试样已充分冷却。在转移的过程中,如试样呈红色,则放弃该试样重新取样。
- 6.3.3.7 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_3),精确到 0.1 mg。
- 6.3.3.8 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 [见式(3)],可通过不含浸润剂纤维的空白试验来确定。
- 6.3.3.9 如可能,可简化操作,不必使用试样皿。

6.3.4 结果表示

按式(5)计算浸润剂含量 SC:

$$SC = 1 - \frac{m_3 - m_2}{km_1} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_1 ——分解前的试样质量,单位为克(g);
- m_3 ——分解后试样和试样皿的总质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样皿的质量,单位为克(g)。

7 精密度

方法 A 的精密度通过 10 个实验室对 2 种样品进行的循环比对试验获得(见表 1)。方法 B 和方法 C 由于没有实验室间的比对数据,该试验方法的精密度未知,在取得这些数据后,在以后的版本中追加。

表 1 方法 A 的精密度

样品	浸润剂含量/%	S_r /%	S_R /%	r	R
1-3K	1.26	0.042	0.062	0.13	0.19
2-12K	0.94	0.029	0.057	0.09	0.17
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 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 说明依据本标准；
- b) 识别所测碳纤维的必要详情(如纱线的浸润剂含量、浸润剂的类型)；
- c) 试验方法和条件,包括以下细节:
 - 方法 A:使用的溶剂,
 - 方法 C:分解的温度和时间;
- d) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 10548:2002 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 10548:2002 相比在结构上有调整,具体章节编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 10548:2002 相比的结构变化情况

本标准章节编号	对应的 ISO 10548:2002(E)的章节编号
—	2
2.1	3.1
2.2	3.2
3	4
—	5 的第二段和注
5	6
6	7
6.1	7.1
6.1.1	7.1.1
6.1.1.1~6.1.1.9	7.1.1.1~7.1.1.9
6.1.2	7.1.2
6.1.2.1~6.1.2.8	7.1.2.1~7.1.2.8
6.1.3	7.1.3
6.1.3.1~6.1.3.5	7.1.3.1~7.1.3.5
6.1.4	7.1.4
6.1.4.1~6.1.4.2	7.1.4.1~7.1.4.2
6.2	7.2
6.2.1	7.2.1
6.2.1.1~6.2.1.11	7.2.1.1~7.2.1.11
6.2.2	7.2.2
6.2.2.1~6.2.2.15	7.2.2.1~7.2.2.15
6.2.2.15 中的公式	—
6.2.3	7.2.3
6.3	7.3
6.3.1~6.3.2	7.3.1~7.3.2
6.3.2.1~6.3.2.3	7.3.2.1~7.3.2.3
6.3.3	7.3.3
6.3.3.1~6.3.3.9	7.3.3.1~7.3.3.9
6.3.4	7.3.4

表 A. 1 (续)

本标准章节编号	对应的 ISO 10548:2002(E)的章节编号
7	8
7 中的第一段和表 1	—
8	9
附录 A	—

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
碳纤维 浸润剂含量的测定
GB/T 29761—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 20 千字
2013 年 12 月第一版 2013 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-47872 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 29761—2013