



中华人民共和国国家标准

GB/T 30019—2013

碳纤维 密度的测定

Carbon fiber—Determination of density

(ISO 10119:2002, MOD)

2013-11-27 发布

2014-08-01 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

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 10119:2002《碳纤维 密度的测定》。

本标准与 ISO 10119:2002 的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 2918 代替了 ISO 291(见第 5 章)；
- 用等同采用国际标准的 GB/T 15223 代替了 ISO 1675(见 6.1.4.2)；
- 用修改采用国际标准的 GB/T 29761 代替了 ISO 10548(见第 4 章)；

——增加了 6.1.3 中试样的取样质量和取样长度，明确取样量以提高标准的可操作性；

——增加了 6.2.3 中试样的取样长度，给出了除取样质量外的另一种取样方法，更具操作性；

——增加了 6.3.3 中试样的取样长度，给出了除取样质量外的另一种取样方法，更具操作性。

本标准做了下列编辑性修改：

——增加了附录 B(资料性附录)“精密度”，给出了方法 B 和方法 C 的精密度。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国纤维增强塑料标准化技术委员会(SAC/TC 39)归口。

本标准起草单位：南京玻璃纤维研究设计院有限公司、哈尔滨玻璃钢研究院、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。

本标准主要起草人：师卓、王玉梅、方允伟、马丹、徐琪、黄英、梁禹鑫、李书乡、王宝瑞、丁新静。

碳纤维 密度的测定

1 范围

本标准规定了三种测定碳纤维纱线密度的试验方法,分别为:

——方法 A:液体置换法;

——方法 B:浮沉法;

——方法 C:密度梯度柱法。

方法 C 为仲裁的方法。

本标准适用于连续碳纤维纱和定长碳纤维纱。

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 2918 塑料 试样状态调节和试验的标准环境(GB/T 2918—1998,idt ISO 291:1997)

GB/T 15223 塑料 液体树脂 用比重瓶法测定密度(GB/T 15223—2008,ISO 1675:1985,IDT)

GB/T 29761 碳纤维 浸润剂含量的测定(GB/T 29761—2013,ISO 10548:2002,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

密度 density

在规定温度下单位体积物质的质量,单位为 g/cm^3 或 kg/m^3 。推荐温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4 试样

除非另有商定,试样应去除浸润剂。去除浸润剂可采用 GB/T 29761 中规定的索氏萃取法、硫酸和双氧水混合溶液消解法、高温分解法。若供需双方同意,也可采用含浸润剂的试样测试。当浸润剂含量很低时,含浸润剂试样的密度与去除浸润剂试样的密度可视为是一致的。

5 状态调节

试验前,试样应在 GB/T 2918 规定的温湿度条件下进行状态调节,并在相同的温湿度条件下进行测试。首选条件为温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $50\% \pm 10\%$ 。

6 试验方法

6.1 方法 A: 液体置换法

6.1.1 原理

试样在空气中称重后,完全浸入比试样密度小至少 0.2 g/cm^3 的已知密度的液体中再称重,根据阿基米德定律,试样在两种介质中的质量示值不同,从而计算出试样的密度。

6.1.2 设备和材料

6.1.2.1 分析天平,可读至 0.1 mg ,最大允许误差为 0.5 mg ,量程为 100 g 。

6.1.2.2 悬线,不锈钢材质,直径为 0.4 mm 或更小,或试样架,玻璃或不锈钢材质,带孔以易于浸入液体(见图 1)。

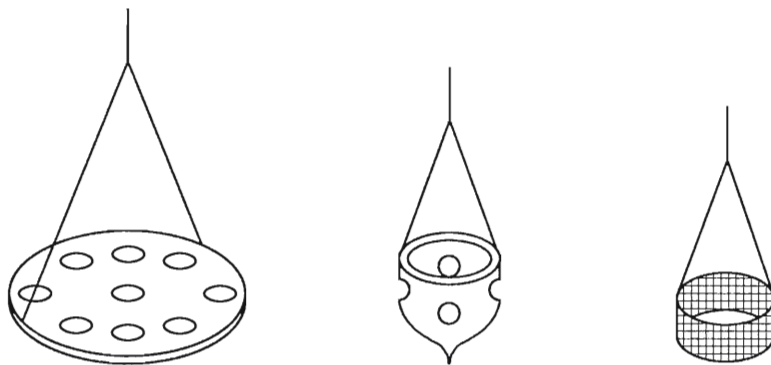


图 1 试样架示例

6.1.2.3 比重瓶或比重计,最大允许误差为 0.001 g/cm^3 。

6.1.2.4 烧杯,由硼硅酸盐玻璃制成。

6.1.2.5 真空泵(可选)。

6.1.2.6 超声波装置(可选)。

6.1.2.7 浸渍液(示例):

乙醇	$\rho_{23}=0.79 \text{ g/cm}^3$
丙酮	$\rho_{23}=0.79 \text{ g/cm}^3$
甲醇	$\rho_{23}=0.80 \text{ g/cm}^3$
二氯乙烷	$\rho_{23}=1.25 \text{ g/cm}^3$
邻二氯苯	$\rho_{23}=1.31 \text{ g/cm}^3$
三氯乙烷	$\rho_{23}=1.35 \text{ g/cm}^3$
三氯甲烷	$\rho_{23}=1.48 \text{ g/cm}^3$
四氯化碳	$\rho_{23}=1.59 \text{ g/cm}^3$

警告——操作这些液体时须采取必要的安全措施。

6.1.3 试样

取 $20 \text{ mg} \sim 30 \text{ mg}$ 或 $1 \text{ cm} \sim 2 \text{ cm}$ 的纱线段,绕成适宜的形状,如弓形或打结。

6.1.4 操作

6.1.4.1 用分析天平(6.1.2.1)称取试样质量,精确至 0.1 mg 。

6.1.4.2 在试验温度下按 GB/T 15223 规定的方法,用比重瓶或比重计(6.1.2.3)测定浸渍液体(6.1.2.7)的精确密度。

6.1.4.3 在空气中称取试样质量,精确至 0.1 mg(w_1)。如果使用悬线或试样架称取试样,则应在总质量中减去悬线或试样架的质量。

6.1.4.4 如图 2 所示,将试样浸入装有浸渍液体的烧杯中,通过搅动或挤压排除气泡,待平衡几秒钟后称取试样质量,精确至 0.1 mg(w_2)。

注 1:主要的误差来源为:

- a) 称取浸入液体中的试样质量时,表面附着气泡;
- b) 试样或悬线的表面张力影响;
- c) 浸渍液和空气的温度差异引起的液体对流。

注 2: 可以用真空泵(6.1.2.5)或超声波装置(6.1.2.6)排除气泡。

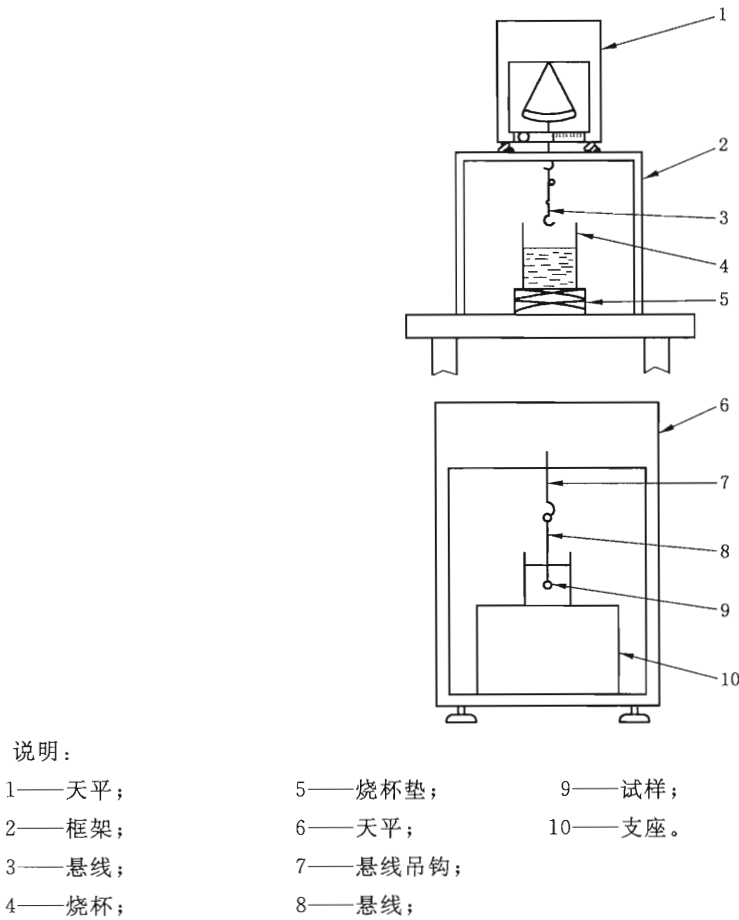


图 2 液体置换法测定密度示意图

6.1.5 结果表示

按式(1)计算温度 θ 下的密度:

$$\rho_{\theta} = \frac{w_1}{w_1 - w_2} \times \rho_L \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_{θ} ——碳纤维纱线密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
- ρ_L ——浸渍液体密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

w_1 ——试样在空气中的质量示值,单位为克(g);

w_2 ——试样在浸渍液中的质量示值,单位为克(g)。

6.2 方法 B:浮沉法

6.2.1 原理

根据观察碳纤维浸入和其密度相同的混合液中的平衡状态测定密度。

该方法规定了两种方法:

——方法 B₁:将试样均匀悬浮在混合液中的动态测试方法。

——方法 B₂:将短切的纱线试样放入一系列已知密度的混合液中的测试方法。

6.2.2 仪器和材料

6.2.2.1 温度计。

6.2.2.2 比重瓶或比重计,最大允许误差为 0.001 g/cm³。

6.2.2.3 试管或样品管,容量 5 cm³,并带有塞子。

6.2.2.4 恒温水浴槽,能使试管中的液体温度保持在 23 °C ± 0.1 °C。

6.2.2.5 镊子。

6.2.2.6 刮刀。

6.2.2.7 贮液瓶,容量 250 cm³。

6.2.2.8 浸渍液体:两种液体,当它们混合时能包含所测密度的范围(示例):

丙酮,甲醇,乙醇,汽油 $\rho_{23} = 0.8 \text{ g/cm}^3$

三氯乙烷 $\rho_{23} = 1.35 \text{ g/cm}^3$

四氯化碳 $\rho_{23} = 1.59 \text{ g/cm}^3$

二溴乙烷 $\rho_{23} = 2.17 \text{ g/cm}^3$

三溴甲烷 $\rho_{23} = 2.89 \text{ g/cm}^3$

警告——操作这些液体时须采取必要的安全措施。

6.2.3 试样

取 10 mg~20 mg 或 1 cm~2 cm 的纱线段(方法 B₁)或者约 100 μg 的短切的纱线(方法 B₂)。

6.2.4 操作

6.2.4.1 方法 B₁

6.2.4.1.1 选取两种浸渍液体(6.2.2.8)在贮液瓶(6.2.2.7)中混合,混合液的密度应小于试样密度。液体完全混合后,调节温度至 23 °C ± 0.1 °C 并保持此温度。

6.2.4.1.2 将试样打结放入混合液中,在 60 hPa 下抽真空排除气泡并保持至少 2 min。

6.2.4.1.3 逐渐滴入几滴比混合液密度大的液体,并轻轻搅拌至完全混合。继续加入液体使试样悬浮在贮液瓶的中部,静置 5 min 后观察。如果试样下沉,再加入几滴高密度的液体,如果试样上浮,则加入几滴低密度的液体,直至试样平衡静止。过滤混合液后用比重计测定混合液的密度即为试样的密度。

6.2.4.2 方法 B₂

6.2.4.2.1 准备 6 种液体混合液(6.2.2.8),其密度以 0.2 g/cm³ 递增,密度范围包含所测试样的密度。用比重瓶或比重计测定每一种混合液的密度,记录测量时的温度。如果需要可加入少量的润湿剂。

6.2.4.2.2 向 6 支试管(6.2.2.3)中分别加入 2.5 cm^3 不同密度的混合液,然后再分别加入约 $100\text{ }\mu\text{g}$ 的短切纤维,塞上塞子摇动。

6.2.4.2.3 静置 60 min 后,在白色背景下观察试管中纤维的位置。

6.2.4.2.4 当绝大多数纤维都悬浮在混合液中时,该混合液的密度即为试样的密度。

6.2.5 结果表示

碳纤维的密度以克每立方厘米(g/cm^3)或千克每立方米(kg/m^3)表示。

6.3 方法 C:密度梯度柱法

6.3.1 原理

根据观察试样在密度线性增加的液体中的平衡位置进行测试。

密度梯度柱是指从上到下密度均匀增加的液体柱。

6.3.2 仪器和材料

6.3.2.1 密度梯度柱:一根标有刻度的直管,上端开口,长约 1 m,直径为 40 mm~50 mm,外有水浴使其温度保持在 $23\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。柱底有一个不锈钢框,可由不被液体浸蚀的悬线上提或下降。

6.3.2.2 一系列经校准的浮标,直径约 5 mm~6 mm, $23\text{ }^\circ\text{C}$ 时的密度已知,精确至万分之一,其范围包含所测的密度。

6.3.2.3 填充密度梯度柱的仪器,包含虹吸管,活塞,玻璃管,体积为 2 L 的容器,磁力搅拌器。

6.3.2.4 浸渍液体:两种液体,混合后可包含所测的密度范围,典型的混合液有:

乙醇、三溴甲烷 (密度范围 $0.81\text{ g}/\text{cm}^3\sim 2.89\text{ g}/\text{cm}^3$)

氯化锌、水 (密度范围 $1.00\text{ g}/\text{cm}^3\sim 2.00\text{ g}/\text{cm}^3$)

三氯乙烷、二溴乙烯 (密度范围 $1.35\text{ g}/\text{cm}^3\sim 2.18\text{ g}/\text{cm}^3$)

四氯化碳、二溴乙烯 (密度范围 $1.59\text{ g}/\text{cm}^3\sim 2.18\text{ g}/\text{cm}^3$)

四氯化碳、三溴甲烷 (密度范围 $1.59\text{ g}/\text{cm}^3\sim 2.89\text{ g}/\text{cm}^3$)

警告——使用这些液体时必须采取必要的安全措施。

6.3.3 试样

取 $1\text{ mg}\sim 10\text{ mg}$ 或 $1\text{ cm}\sim 2\text{ cm}$ 的纱线段,浸入两种液体中密度较小的液体中至少 10 min,小心地排除气泡。

将试样制成适宜的形状浸入密度梯度柱,该形状应根据测试的碳纤维类型选择,最好是打结或弓形。

6.3.4 操作

6.3.4.1 按照附录 A 的方法制备密度梯度柱。

6.3.4.2 将试样小心地浸入密度梯度柱的上部,使其自然下降到平衡位置,注意应没有纤维飘浮到表面也没有气泡夹杂在试样中。

6.3.4.3 当试样达到平衡时,记录相应的刻度值,并从校准曲线上得出相应的密度值。

注:达到平衡的时间可能会从几分钟到几小时,它取决于试样的形状,密度梯度和所要求的精度。

避免试样接触柱子的侧边,并且避免之前测试的样品留在柱中,以免降低试样自由下落的速度。

6.3.4.4 用框移走散落的试样,小心避免破坏梯度柱。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 说明按本标准试验；
- b) 鉴别纱样必需的所有细节；
- c) 所用的试验方法(方法 A, 方法 B₁, 方法 B₂ 或者方法 C)；
- d) 是否去除浸润剂(如果去除了浸润剂, 给出所用的方法)；
- e) 浸渍液体及其密度(方法 A)或混合液的类型(方法 B₁, 方法 B₂ 和方法 C)；
- f) 试样数量；
- g) 密度平均值, 精确至 0.001 g/cm³；
- h) 标准中未提到的操作细节以及试验过程中可能影响测试结果的任何情况。

附 录 A

(规范性附录)

密度梯度柱的制备

A.1 原理

方法 C 中的密度梯度柱可以用两种方法来制备。

第一种方法[见图 A.1 a)]是从柱子顶部逐渐加入密度渐小的液体,每种液体可以沿着管的内表面缓慢流入,使其停留在密度更大一些的液体上面。

第二种方法[见图 A.1 b)]是从柱子底部逐渐加入密度渐大的液体,密度较大的液体取代密度较小的液体位置而使密度较小的液体向上移动。

A.2 操作

A.2.1 按图 A.1 a)和图 A.1 b)安装好设备,调节温度至 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在柱子底部放入不锈钢框,框中装有校准浮标(最好 8 个)。

A.2.2 准备好两种液体 L_1 (高密度)和 L_2 (低密度)。根据所需的精度,可以是单一液体或者混合液,其密度范围应包含所测的纤维密度。精度要求越高,密度梯度则越小。通常 70 cm 柱长对应密度变化幅度为 0.05 g/cm^3 。

A.2.3 如图 A.1 a)或图 A.1 b)所示,向瓶 A 和 B 中分别加入液体 L_1 或 L_2 。每个瓶中的液体体积应等于或大于密度梯度柱一半的体积。

搅动靠近柱子的液体,然后打开 S_1 和 S_2 [见图 A.1 a)]或 R_1 和 R_2 [见图 A.1 b)],填充约 2 h。

在图 A.1 a)的方法中,随着密度的增加,浮球逐步从液体表面下沉,直至在柱中平衡。

在图 A.1 b)的方法中,随着密度的增加,浮球逐步从柱底向上升,直至在柱中平衡。

A.2.4 塞紧柱塞, $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温至少 24 h。测量每个浮球从悬浮位置到柱底的距离,单位为毫米(mm),绘制浮球高度-密度曲线图。如果该曲线图非线性,重复以上步骤。密度梯度柱一般可保存一个月,超过一个月后密度梯度柱失去线性。

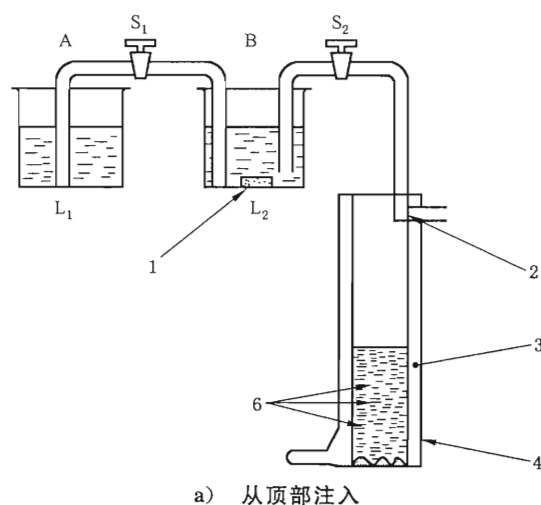
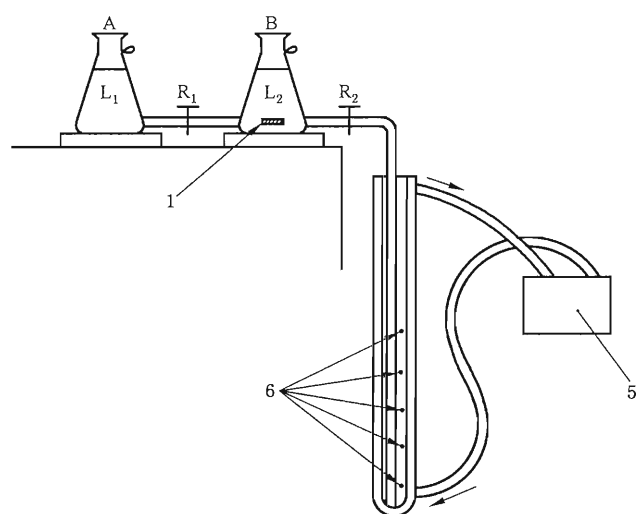


图 A.1 密度梯度管制备示例



b) 从底部注入

说明：

1——磁力搅拌器

2——与管内表面接触的毛细管；

3——管；

4——温度调节水浴；

5——温度调节装置；

6——标准球状浮标；

容器 A——高密度液体 L_1 ；

容器 B——低密度液体 L_2 。

图 A.1 (续)

附 录 B
(资料性附录)
精 密 度

方法 B₁ 的精密度通过 7 个实验室对四种样品进行的循环比对试验获得,方法 C 的精密度通过 3 个实验室对四种样品进行的循环比对试验获得。

表 B.1 方法 B₁ 和方法 C 测定碳纤维纤维密度的精密度

方法	样品	密度 g/cm ³	S _r g/cm ³	S _R g/cm ³	r	R
浮沉法 B ₁	1-3K (含浸润剂)	1.764	0.001	0.005	0.003	0.014
	1-3K (不含浸润剂)	1.764	0.001	0.004	0.003	0.011
	2-12K (含浸润剂)	1.770	0.000 6	0.005	0.002	0.014
	2-12K (不含浸润剂)	1.770	0.000 8	0.006	0.002	0.017
密度梯度 柱法 C	1-3K (含浸润剂)	1.761	0.000 8	0.001 5	0.002	0.004
	1-3K (不含浸润剂)	1.756	0.001 7	0.003 6	0.005	0.010
	2-12K (含浸润剂)	1.766	0.002 3	0.003 4	0.006	0.009
	2-12K (不含浸润剂)	1.760	0.000 8	0.004 3	0.002	0.012
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 $2.8 \times S_r$; R 表示不同实验室两个测试结果的临界差,即 $2.8 \times S_R$ 。						

方法 A 由于缺乏有效的实验室间的测试数据,所以不能确定其精密度。当获得实验室间的试验数据后,将在以后的修订版中追加。