

碳纤维测试技术及标准简介

Introduction to Carbon Fiber Test Methods and Standards

王玉梅

南京玻璃纤维研究设计院

碳纤维浸润剂含量试验方法(GB/T×××××/ISO 10548 Carbon fiber—Determination of size content)

碳纤维密度试验方法(GB/T×××××/ISO 10119 Carbon fiber—Determination of density)

碳纤维直径和横截面积试验方法(GB/T×××××/ISO 11567 Carbon fiber—Determination of filament diameter and cross-sectional area)

碳纤维浸胶纱拉伸性能试验方法 (GB/T26749-2011/ISO 10618 Carbon fiber—Determination of the tensile properties of resin-impregnated yarn)

碳纤维单丝拉伸性能试验方法(GB/T×××××/ISO 11566 Carbon fiber—Determination of the tensile properties of single- filament specimens)

碳纤维浸润剂含量试验方法(ISO 10548 Carbon fiber—Determination of size content)

按GB/T18374《增强材料术语及定义》国家标准：

Size称为浸润剂，是在纤维生产过程中施加于单丝上的某些化学制剂的混合物。

浸润剂的作用有三个方面：

- ①保护纤维；
- ②使纤维集束，赋予纤维良好的加工性能；
- ③增强纤维与聚合物的界面结合。

方法A：索氏萃取法

▲适用于浸润剂能完全溶解于某一合适的溶剂。

▲主要仪器：

分析天平

通风烘箱

索格利特萃取器

水浴

有机溶剂，例如 2, 2-二甲基，乙基酮，
乙基丁烷，四氢呋喃，二氯甲烷，丙酮，
二氯乙烷。



▲操作要点

取纱段打成松散的结，称取质量，精确到0.1mg。

试样放入索氏萃取器的虹吸室中，烧瓶中放入足够的溶剂

萃取大约进行两小时，调节水浴温度，在2小时内至少完成4次循环。

取出试样，干燥称重，计算。

$$SC = \frac{\text{减少的质量}}{\text{试样原始质量}} \times 100\%$$

方法B：消解法——硫酸和双氧水混合溶液分解

▲适用于浸润剂部分硬化不能完全溶于溶剂时，对于碳纤维复合材料，需要测试碳纤维含量也可采用。

▲主要仪器和设备：

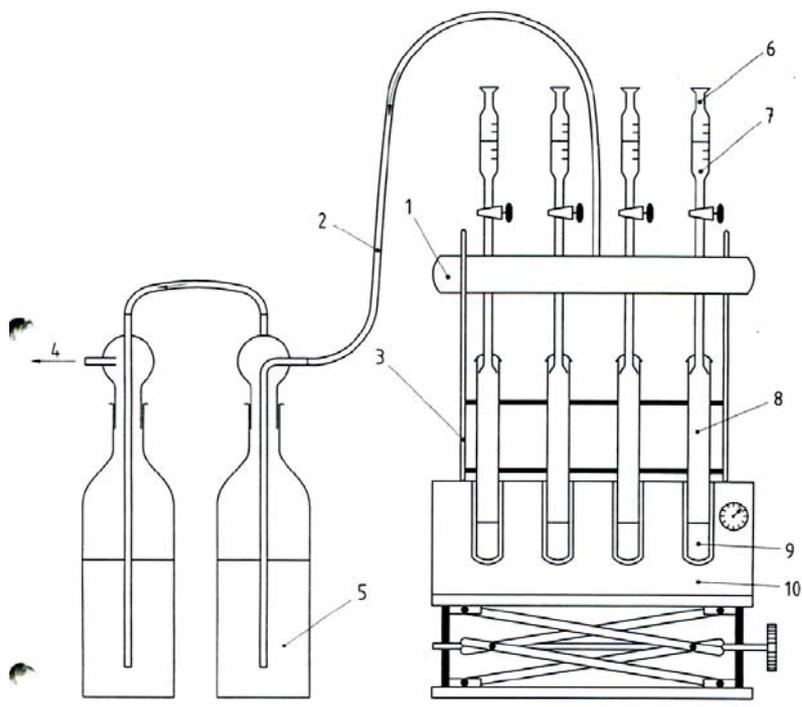
分析天平

消解装置：试管、滴液漏斗、控温加热器、废气处理系统

多孔玻璃过滤器：孔隙率40孔/cm²，孔径范围(20um~30um)，容量(30ml~70ml)。

化学试剂：浓硫酸，双氧水，氢氧化钠溶液；

通风厨，乳胶手套，面罩和实验服。



▲操作要点

预热。将加热器调到 $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，预热20分钟；

在每个滴液漏斗中加入25ml的双氧水；

准确称取试样，放入消解试管中。加入浓硫酸使试样完全浸没；

缓慢加入双氧水。在 $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下加热5分钟，冷却。用多孔玻璃过滤器滤出试样，清洗至中性；

干燥称量，计算。

方法C：热解法

▲使浸润剂在氮气中高温分解。

▲主要仪器：

分析天平

可通氮气的电炉

试样皿



▲操作要点

试样皿放入通入氮气的电炉内处理至恒重，称量；

取约1克的试样，打成松散的结，准确称取其质量；

先向炉内通入氮气，流量应能在1分钟内将电炉吹扫干净；

试样放入试样皿，放入温度为 (450 ± 5) °C充满氮气的电炉中15min，这期间要加大氮气的流量；

关闭电炉，继续通氮气让试样电炉里冷却；

确认试样充分冷却后移入干燥器中（如转移到干燥器时试样变红，则放弃该试样）；

称量，计算。

碳纤维密度试验方法（ISO 10119 Carbon fiber—Determination of density）

方法A 液体置换法

▲试样在空气中称量，再浸入已知密度的液体中称量，根据这两个不同的质量，计算试样的密度。

▲主要仪器：

电子天平，配有密度测量装置。

比重计，用于测量液体密度

烧杯

液体介质：乙醇、丙酮、甲醇、
二氯乙烷、邻二氯苯、三氯
乙烷、三氯甲烷、四氯化碳



▲操作

取一段连续的纱线，打成结，称取其质量，精确至0.1mg；

用比重计测定液体介质的精确密度，（ ρ_L ）。

在空气中称取试样质量，精确至0.1mg（ W_1 ）。

将试样浸入装有液体介质的烧杯中，称取其质量，精确至0.1mg（ W_2 ）。

用下式计算，在温度 θ 下的碳纤维密度，g/cm³：

$$\rho_g = \frac{W_1}{W_1 - W_2} \times \rho_L$$

▲主要的误差来源：

称取浸入液体中的试样质量时，表面附着气泡；

可通过抽真空或用超声波消除气泡。

如果用水作为介质，可以加入微量的表面活性剂。

试样或悬线的表面张力影响；

液体介质和空气的温度差异引起的液体对流。

方法B 浮沉法

▲原理：混合密度不同的两种液体，使碳纤维在其中处于平衡状态，该混合液的密度即为碳纤维密度。

▲仪器和材料：

温度计

比重计

量筒，

恒温水浴

两种液体介质



一种密度小于碳纤维，一种大于碳纤维。

▲操作

取10mg~20mg的一段纱线，打结；或100 μ g的短切纱。

将两种密度的液体介质在量筒中充分混合，混合液的密度应小于试样密度，放入恒温水浴中。

将试样放入混合液中，逐渐滴入密度大的液体，至试样位于量筒的中部，静置5分钟后观察。

如果试样下沉，则滴加高密度的液体；如果试样上浮，则滴加低密度的液体，直至试样平衡静止。

用比重计测定混合液的密度即为试样的密度。

方法C 密度梯度柱法

▲原理：密度梯度柱是指从上到下密度均匀增加的液体柱。根据观察试样在液体中的平衡位置而得出。

▲仪器和材料：

密度梯度柱：标有刻度的直管，上端开口，长约1米，直径40mm~50mm，有水浴使其温度保持在 $23^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

一系列密度浮标：直径约5mm~6mm。

制备液体密度梯度柱的仪器：包含虹吸管，活塞，玻璃管，体积为2升的容器，磁力搅拌器。

浸液：由两种密度不同的液体构成，例如：酒精和三溴甲烷（密度范围从0.81~2.89）

▲试样：适宜浸入密度梯度柱的形状，通常是打结。

▲操作

准备好密度梯度柱。

将试样小心地放入密度梯度柱的上部，使其自然下降到平衡位置。

当试样达到平衡时，记录相应的刻度值，并从校准曲线上测得相应的密度值。

注意：避免试样接触梯度柱的内侧壁，也应清除先前测试的样品，以免影响试样的自由下落。

达到平衡的时间可能会从几分钟到几小时。

碳纤维直径和横截面积试验方法（ISO 11567 Carbon fiber— Determination of filament diameter and cross-sectional area）

标准提供了四种方法：

方法A：按实测的碳纤维纱线密度（不含浸润剂）和密度，
根据制造商提供的纤维根数计算。

$$d = \sqrt{\frac{4t \times 10^3}{\pi \times \rho \times c}}$$

d——单纤维直径，mm；

t——碳纤维纱线密度，tex (g/km)；

ρ ——碳纤维密度，g/cm³；

C —— 纤维根数。

方法B：光学显微镜纵向测量

▲原理：用光学显微镜观察碳纤维单丝的纵向侧面，测量两侧边缘之间的垂直距离。

注意：由于衍射效应，单丝直径小于10 μm 时不推荐用此方法。

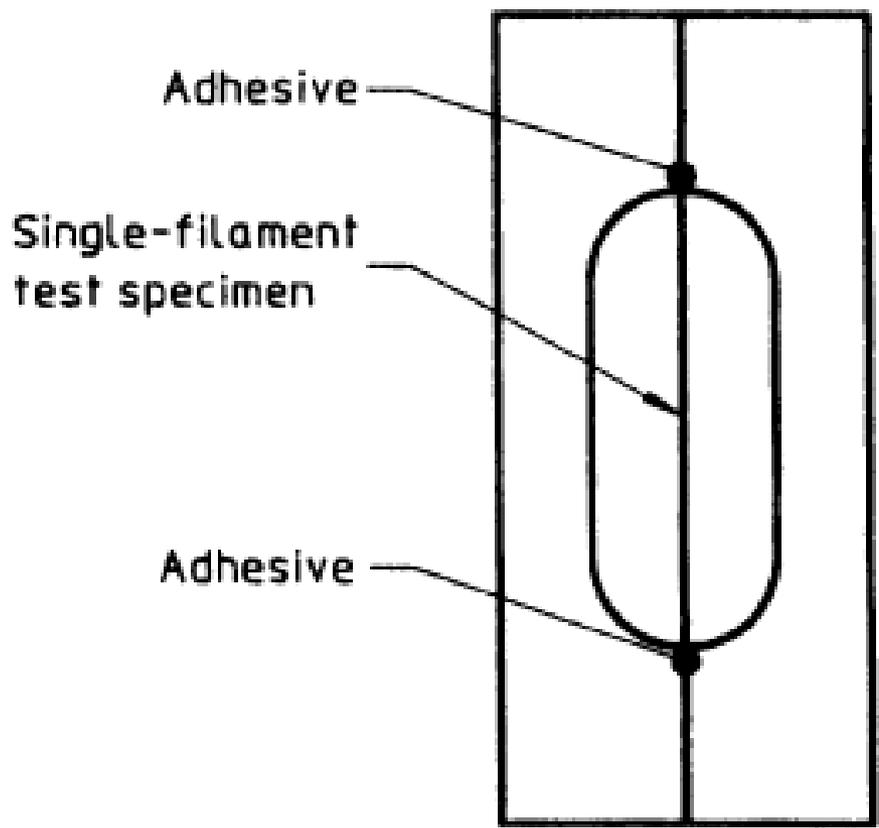
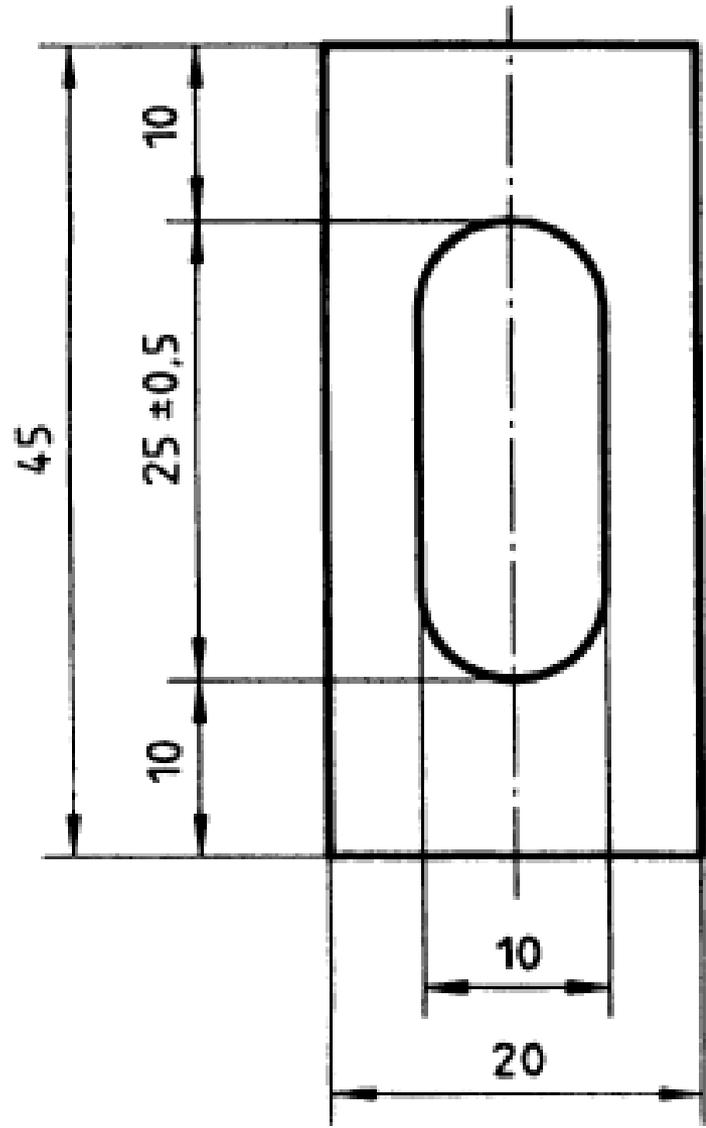
▲试样制备：将单根纤维粘在试样框（specimen mounting）上（见图），该试样框由薄纸板或柔性金属薄片、塑料薄片制成。

▲光学显微镜：1000倍

▲测量：

滴加介质液体，折射率1.43到1.53，例如雪松油，石蜡油。

在显微镜下测量。沿纤维长度方向直径会存在差异，在纤维丝3个不同位置测量3次。



方法C: 显微镜测量纤维横截面直径和横截面积

▲将碳纤维丝束用树脂包裹，垂直于纤维长度切取一薄片并抛光，用显微镜观察测量。

▲适用于：平行纤维束；也可用于观测单向纤维增强复合材料中纤维的分布和纤维的体积含量。

特别适用于纤维截面为非圆形时的测量。

▲主要仪器：金相反射显微镜，最好是带偏光的，可以提高图像的清晰度和反差。纤维直径大于 $10\ \mu\text{m}$ 时推荐使用
扫描电子显微镜。直径小于 $10\ \mu\text{m}$ 时推荐使用。

▲测量

目测法（仅用于圆形截面的纤维）在显微镜下测量纤维的直径，用直径计算纤维的横截面积。

拍照法 用显微镜对样品拍照，测量照片上每根纤维的直径，除以放大倍率计算实际直径，用直径计算纤维的横截面积。

对非圆形截面的纤维

用显微镜对样品拍照，用面积仪测量照片上纤维的截面积，除以放大率的平方得到实际横截面积S，单位为 μm^2 。

按下式计算直径d，单位为 μm ：

$$d = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}}$$

方法D: 激光衍射法

▲原理：用相干单色光（激光束）照射一根纤维，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。

▲适用：圆形截面纤维直径的测量。对椭圆形或肾形的截面，给出的是表观直径。

▲仪器：氦氖激光发射器，功率为2mW。

▲试样：同方法B。

▲操作：

将试样放到试样架上，并置于激光束的光路上，在屏幕上出现衍射条纹。

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° ，重复上述测量。每间隔 15° 重复这个过程，直至 165° 。

按下列公式计算每次测量的直径 d ，单位为 μm ：

$$d = \frac{\lambda D}{l}$$

式中

λ ——激光的波长， μm （氦氖激光， $\lambda = 0.632 \mu\text{m}$ ）；

D ——样到屏幕的距离， mm ；

l ——最接近中心的两个黑色条纹之间距离的一半， mm 。

碳纤维浸胶纱拉伸性能试验方法（GB/T 26749—2011/ISO 10618 Carbon fiber—Determination of the tensile properties of resin-impregnated yarn）

▲试样的制作：可以机械浸也可以手浸，手浸比较方便，也能保证浸胶的质量。

▲试样的质量：直，粗细均匀；没有胶粒附着，没有贫胶区；没有散丝，乱丝，圈丝；

▲截面积的计算：

$$A_f = \frac{T_{tf}}{\rho_f} \times 10^{-3}$$

A_f ——碳纤维纱截面积，mm²，

T_{tf} ——不含浸润剂的碳纤维纱的线密度，tex(g/km)。 （按GB/T 7690.1/ISO1889）

ρ_f ——碳纤维纱密度，单位为g/cm³。 （按GB/T ×××××/ISO10119）

注意：这个截面积仅是碳纤维的截面积，不是浸胶纱的。

▲拉伸强度的计算：

$$\sigma_f = \frac{F_f}{A_f}$$

式中：

σ_f ——拉伸强度，MPa；

F_f ——拉伸断裂时的载荷；N；

A_f ——碳纤维纱截面积，mm²；

▲弹性模量的计算：

注意：测量弹性模量必须使用引伸计，不能用横梁位移记录试样的伸长。

$$E_f = \frac{\Delta F}{A_f} \times \frac{L_0}{\Delta L} \times 10^{-3}$$

式中：

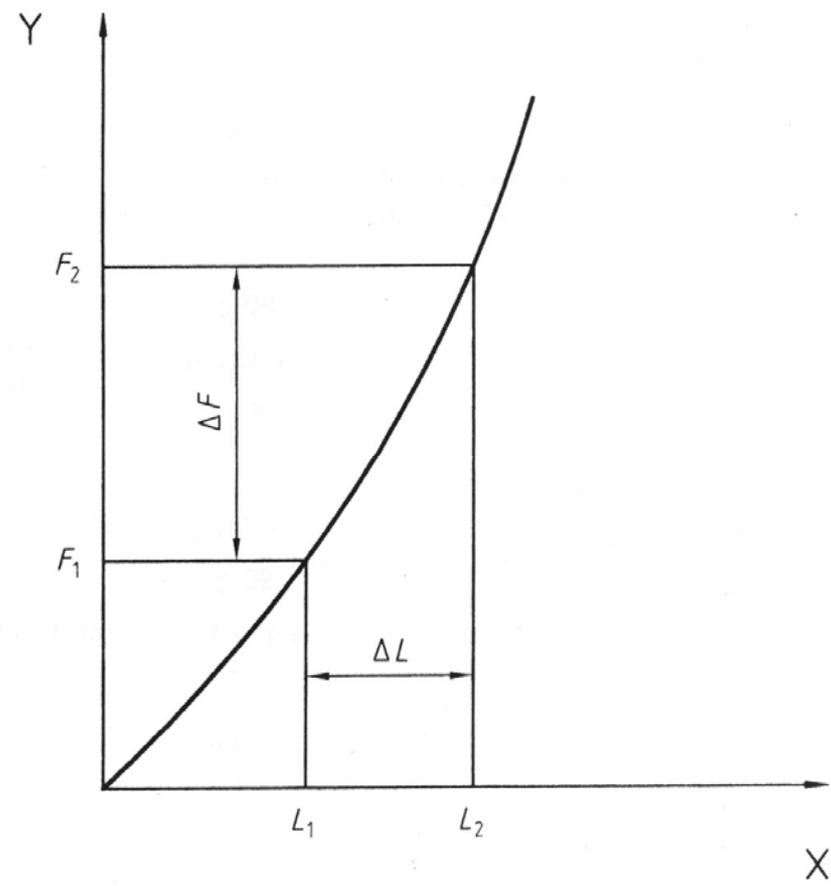
E_f ——拉伸弹性模量，GPa；

A_f ——碳纤维纱截面积，mm²；

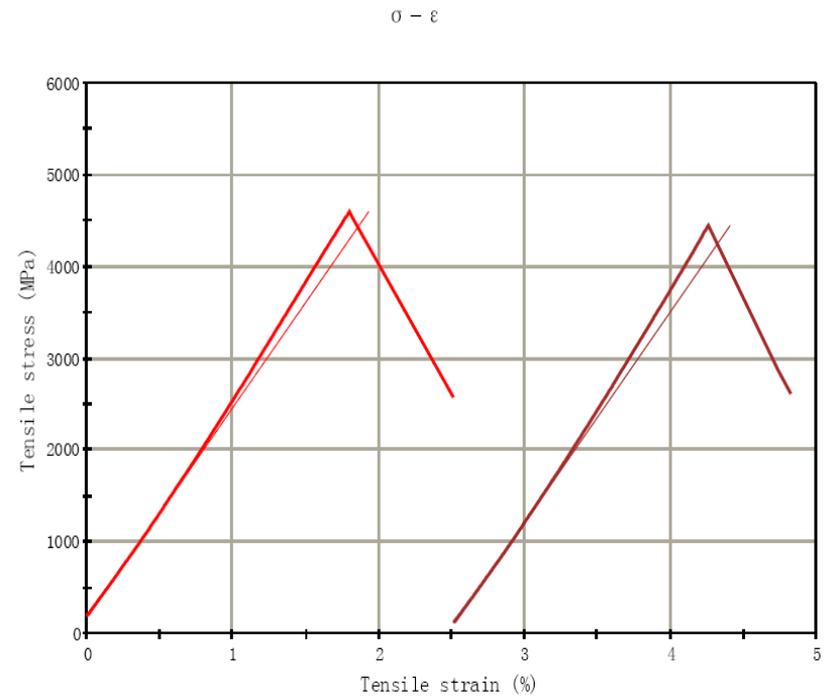
L_0 ——引伸计两钳口之间的
初始距离，mm；

ΔF ——载荷增量，N；

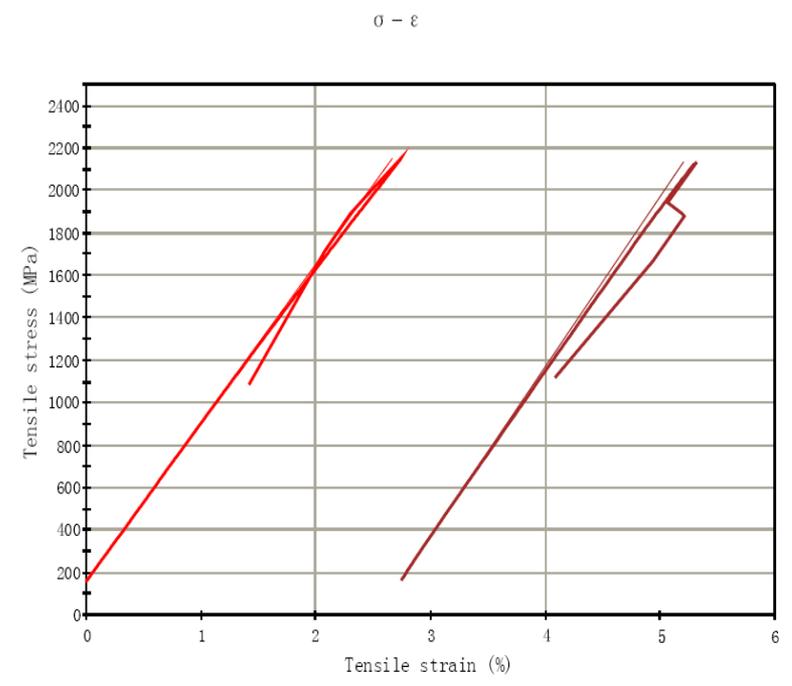
ΔL ——长度增量，mm。



碳纤维和玻璃纤维拉伸载荷——伸长曲线比较



碳纤维的拉伸应力——应变曲线



玻璃纤维的拉伸应力——应变曲线

方法A 给定应变增量范围，取此范围内的载荷增量
按下表确定应变增量范围

纤维的典型断裂应变值	应变范围
$\varepsilon \geq 1.2$	0.1至0.6
$0.6 \leq \varepsilon < 1.2$	0.1至0.3
$0.3 \leq \varepsilon < 0.6$	0.05至0.15

方法B 给定载荷增量 ΔF 范围，取此范围对应的应变增量 ΔL

ΔF 给定在400mN/tex至800mN/tex的范围，取此范围对应的应变增量 ΔL 。

▲断裂应变的计算:

方法A: 由引伸计测得的断裂时的应变, 按下式计算:

$$\varepsilon_E = \frac{L_U - L_0}{L_0} \times 100$$

式中:

ε_E ——引伸计测得的断裂应变, %;

L_U ——断裂时引伸计两钳口之间的距离, mm;

L_0 ——引伸计两钳口之间的初始距离, mm。

方法B：按拉伸强度和拉伸弹性模量计算，

$$\varepsilon_c = \frac{\sigma_f}{E_f} \times 0.1$$

式中：

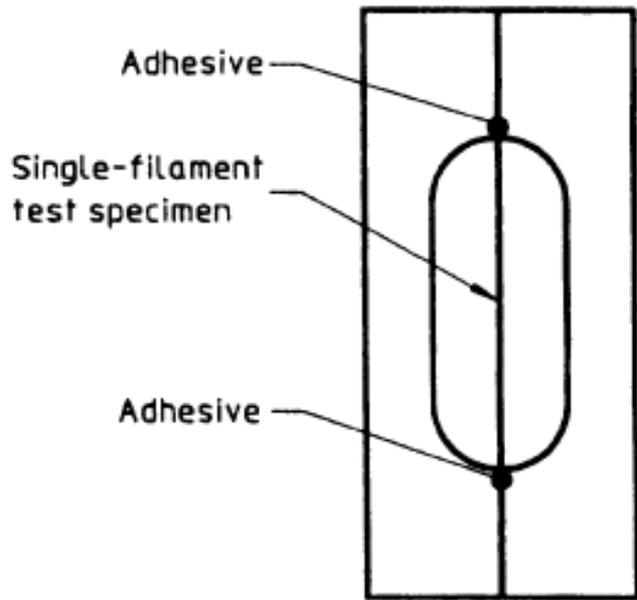
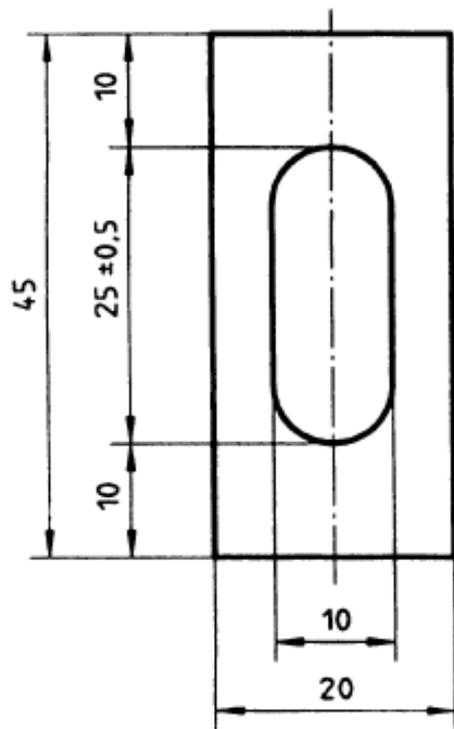
ε_c ——计算得到的断裂应变，%；

σ_f ——拉伸强度，单位为MPa；

E_f ——拉伸弹性模量，单位为GPa。

碳纤维单丝拉伸性能试验方法(GB/T×× ×××/ ISO 11566Carbon fiber—Determination of the tensile properties of single- filament specimens)

▲试样制备：纸框如图。将单根纤维粘在纸框上。要在纸框的开孔的上下两个端点用胶粘剂将试样和纸框粘牢，以确保试样的长度。当在试验机上夹持好（加载前）时，用小剪刀将纸框的两个侧边剪断。



▲试样数量：每单位产品至少20个试样

▲横截面积：按ISO11567测试，最好是使用光学显微镜法和激光衍射法测量直径，直接同该试样测试拉伸强度和模量。

▲试验机：恒定十字头位移，带有载荷——伸长记录装置。

▲拉伸强度计算：

$$\sigma_f = \frac{F_f}{A_f}$$

式中：

σ_f ——拉伸强度，Mpa；

F_f ——最大应力，N；

A_f ——截面积，mm²；

▲拉伸弹性模量计算：

$$E_f = \frac{\left(\frac{\Delta F}{A_f}\right)\left(\frac{L}{\Delta L}\right)}{1 - K\left(\frac{\Delta F}{\Delta L}\right)} \times 10^{-3}$$

式中：

E_f——拉伸弹性模量，GPa；

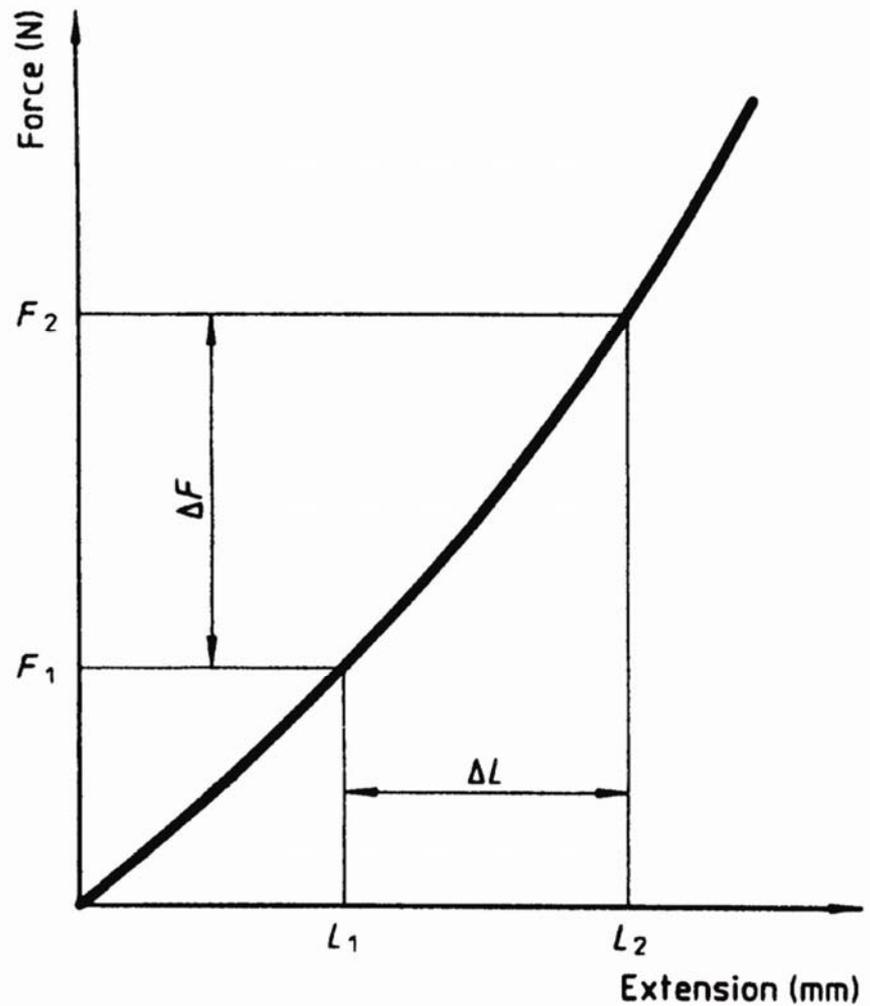
ΔF——载荷增量，400mN/tex至800mN/tex, 单位为 N；

A_f——纤维横截面积，mm²；

L——试样有效长度，mm；

ΔL——与ΔFA对应的伸长增量，mm；

K——系统柔量。



方法A: 给定载荷增量 ΔF 为 400mN/tex 至 800mN/tex ，取此范围对应的应变增量 ΔL ；

方法B: 给定应变增量 ΔL （同GB/T 26749—2011/ISO 10618），取此范围对应的载荷增量 ΔF 。

两种方法得到的结果可能不同，因此在给出数据时要明确用的是哪个方法。

▲系统柔量（system compliance），K：

用于修正由连续加载系统和试样夹持系统带来的指示伸长的修正系数，从而给出试样有效长度内的真实伸长。

要对每一试验机、夹持系统和试样框的组合进行测试，得到每一个组合的系统柔量。

测试方法：

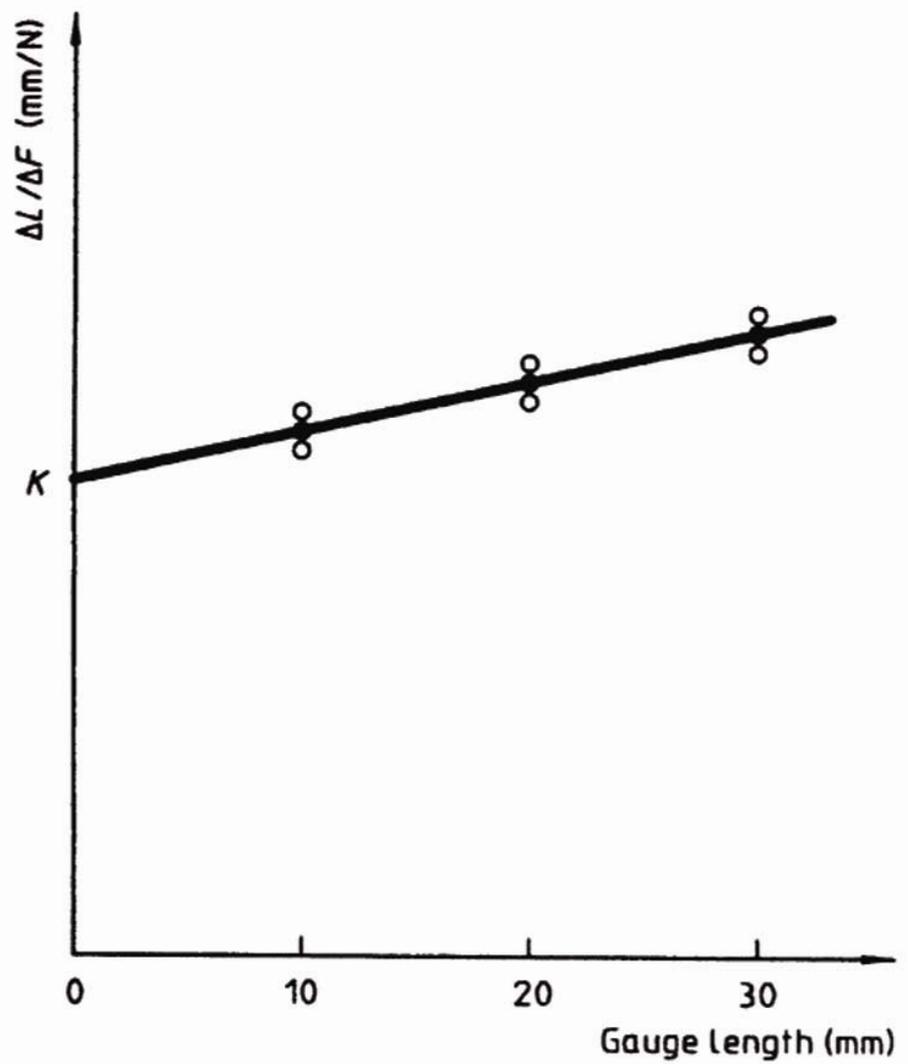
用相同材料不同开槽长度的试样框，制备不同有效长度的试样，分别为5mm，10mm，20mm，30mm和40mm，每种长度至少3个试样。

进行拉伸试验，得到每一试样的载荷——伸长曲线。

从载荷——伸长曲线上读出 ΔF 和 ΔL 。

以 $\Delta L / \Delta F$ 为纵坐标，L为横坐标，作图。

用外推法得到长度L为0时的 $\Delta L / \Delta F$ 值即为系统符合度，用K表示，单位为mm/N。



谢谢！

- 地址：中国 南京雨花西路安德里30号
- 邮编：210012
- 电话：025-85017690
- 网址：www.chinagfm.com