



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101949827 A

(43) 申请公布日 2011. 01. 19

(21) 申请号 201010283935. 7

(22) 申请日 2010. 09. 16

(71) 申请人 中国科学院西安光学精密机械研究所

地址 710119 陕西省西安市高新区新型工业园信息大道 17 号

(72) 发明人 王浩静 刘福杰 范立东 王红飞
李福平 程璐 庞培东 刘欢

(74) 专利代理机构 西安智邦专利商标代理有限公司 61211

代理人 王少文

(51) Int. Cl.

G01N 21/25 (2006. 01)

G01N 1/28 (2006. 01)

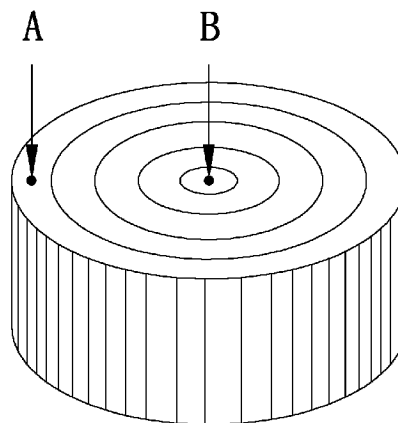
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

(54) 发明名称

碳纤维皮芯结构的定量测试方法

(57) 摘要

本发明涉及碳纤维皮芯结构的定量测试方法,包括以下步骤:1) 样品固化:取小束碳纤维,用环氧树脂和固化剂的混合物固化,混合物中固化剂的含量为 5%~15%;2) 切片法制备样品;3) 使用 Raman 光谱测定样品:计算出碳纤维横截面最外层的边缘点的石墨化程度 R_A 和中心点的石墨化程度 R_B ;4) 计算碳纤维的皮芯结构因子;5) R_{AB} 越接近 1,碳纤维的均质性越好; R_{AB} 越接近 0,碳纤维的皮芯结构越严重。本发明解决了现有的皮芯结构测试方法精确度不高,只能定性分析无法实现定量分析的技术问题,本发明方法通过固化以及切片制造出样品,制备非常简单。



1. 碳纤维皮芯结构的定量测试方法,其特征在于:包括以下步骤:

1】样品固化:取小束碳纤维,用环氧树脂和固化剂的混合物固化,其中,混合物中固化剂的含量为 5%~15%;

2】切片法制备样品:

利用切片器将步骤 1】固化好的碳纤维切出碳纤维横截面;

3】使用 Raman 光谱测定样品:使用 Raman 光谱测定根据石墨化程度计算公式

$$R = \frac{I_{1360\text{cm}^{-1}}}{I_{1580\text{cm}^{-1}}}$$

计算出碳纤维横截面最外层的边缘点(A)的石墨化程度 R_A 和中心点(B)的石墨化程度 R_B ;

其中:

$I_{1360\text{cm}^{-1}}$ 是 Raman 光谱中 1360cm^{-1} 处的峰相对强度,代表乱层石墨碳;

$I_{1580\text{cm}^{-1}}$ 是 Raman 光谱中 1580cm^{-1} 处的峰相对强度,代表规整石墨结构碳;

4】计算碳纤维的皮芯结构因子:利用皮芯结构因子计算公式计算出 R_{AB} :

$$R_{AB} = \frac{R_A}{R_B}$$

其中:

R_A 是碳纤维横截面最外层的边缘点的石墨化程度,

R_B 是碳纤维横截面中心点的石墨化程度,

5】 R_{AB} 越接近 1,碳纤维的均质性越好; R_{AB} 越接近 0,碳纤维的皮芯结构越严重。

2. 根据权利要求 1 所述的碳纤维皮芯结构的定量测试方法,其特征在于:所述环氧树脂是 6101 环氧树脂或 AG80 环氧树脂;所述固化剂是三乙烯四胺。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的碳纤维皮芯结构的定量测试方法,其特征在于:所述切片器是普通的哈氏切片器或超薄切片器。

4. 根据权利要求 3 所述的所述碳纤维皮芯结构的定量测试方法,其特征在于:所述 Raman 光谱为法国 HR800,其物镜光斑为 $2\mu\text{m}$ 。

碳纤维皮芯结构的定量测试方法

技术领域

[0001] 本发明属于碳材料测试方法领域,涉及到一种碳纤维皮芯结构的定量测试方法,用于定量描述碳纤维的皮芯结构程度。

背景技术

[0002] 碳纤维是上世纪 60 年代兴起的一种新型炭材料,它具有高比强度、高比模量、高导电性和导热性、低热膨胀系数、低密度、耐高温、耐疲劳、抗蠕变、自润滑等一系列的优异性能,是一种理想的功能材料和结构材料,广泛应用于航天、民用航空、文体以及运输等领域,并具有广阔的应用前景。

[0003] 碳纤维的微观结构决定其宏观力学性能。因此自碳纤维的制备工艺研究开始以来,碳纤维的微观结构方面的研究就一直在进行。通过对大量的碳纤维进行研究,研究者发现,对于大部分碳纤维特别是经较高温度处理碳纤维来说,其质地是不均匀的。一般来说由两相组成:一相为高度取向相,存在于纤维表面;另一相为杂乱排列相,存在于纤维内部。这也就是所谓的皮芯结构。碳纤维的皮芯结构遗传于原丝,经后续热处理过程后逐渐明显。一直以来,碳纤维的皮芯结构是学者研究的热点,研究者采用了多种分析手段来分析碳纤维的皮芯结构,如:1) 扫描电子显微镜,这种方法可通过对纤维横截面的分析,较为粗糙的描述出碳纤维截面的异质结构,此方法虽然可对纤维截面进行整体观察,但精确度较低,无法辨别内部质地差别较小的纤维,且只能定性分析;2) 透射电子显微镜,这种方法可通过对 30-70nm 的薄片进行透射分析,可较为精确的描述碳纤维局部范围内的石墨化程度,存在的问题是对样品的厚度要求较为苛刻,制样方法比较复杂,且无法定量分析。

[0004] 因此,一直以来,虽然研究者对碳纤维的皮芯结构进行了大量的研究,但只是定性的说明碳纤维皮芯结构的存在,不能定量的描述碳纤维的皮芯结构程度,因此也就无法建立碳纤维皮芯结构程度与其宏观力学性能之间的定量关系,从而阻碍了碳纤维微观结构与宏观力学性能相关性的研究进程。

发明内容

[0005] 为了解决现有的皮芯结构测试方法精确度不高,只能定性分析无法实现定量分析的技术问题,本发明提供一种碳纤维皮芯结构定量的测试方法。

[0006] 本发明的技术解决方案是:

[0007] 碳纤维皮芯结构的定量测试方法,其特殊之处在于:包括以下步骤:

[0008] 1】样品固化:取小束碳纤维,用环氧树脂和固化剂的混合物固化,其中,混合物中固化剂的含量为 5%~15%;

[0009] 2】切片法制备样品:

[0010] 利用切片器将步骤 1】固化好的碳纤维切出碳纤维横截面;

[0011] 3】使用 Raman 光谱测定样品:使用 Raman 光谱测定根据石墨化程度计算公式

$$[0012] \quad R = \frac{I_{1360\text{cm}^{-1}}}{I_{1580\text{cm}^{-1}}}$$

[0013] 计算出碳纤维横截面最外层的边缘点 (A) 的石墨化程度 R_A 和中心点 (B) 的石墨化程度 R_B ;

[0014] 其中:

[0015] $I_{1360\text{cm}^{-1}}$ 是 Raman 光谱中 1360cm^{-1} 处的峰相对强度,代表乱层石墨碳;

[0016] $I_{1580\text{cm}^{-1}}$ 是 Raman 光谱中 1580cm^{-1} 处的峰相对强度,代表规整石墨结构碳;

[0017] 4】计算碳纤维的皮芯结构因子:利用皮芯结构因子计算公式计算出 R_{AB} :

$$[0018] \quad R_{AB} = \frac{R_A}{R_B}$$

[0019] 其中:

[0020] R_A 是碳纤维横截面最外层的边缘点的石墨化程度,

[0021] R_B 是碳纤维横截面中心点的石墨化程度,

[0022] 5】 R_{AB} 越接近 1,碳纤维的均质性越好; R_{AB} 越接近 0,碳纤维的皮芯结构越严重。

[0023] 上述环氧树脂是 6101 环氧树脂或 AG80 环氧树脂;所述固化剂是三乙烯四胺。

[0024] 上述切片机是普通的哈氏切片器或超薄切片机。

[0025] 上述 Raman 光谱为法国 HR800,其物镜光斑为 $2\mu\text{m}$ 。

[0026] 本发明所具有的优点:本发明利用 Raman 光谱测试出样品横截面最外层边缘点的石墨化程度和中心点的石墨化程度,通过皮芯结构因子计算公式计算皮芯因子,判断碳纤维的皮芯结构程度。该方法通过固化以及切片制造出样品,制备非常简单。

附图说明

[0027] 图 1 是本发明测试样品结构示意图,图中 A 为碳纤维横截面最外层的边缘点,B 为碳纤维横截面中心点。

[0028] 图 2 是发明对碳纤维皮芯结构进行横截面定性分析的实施例,A 图 1 中的 A 点位置,B 图 1 中的 B 点位置。

[0029] 图 3 是利用本发明方法对一系列碳纤维横截面皮芯结构因子的计算结果图。

具体实施方式

[0030] 将结合图 1、图 2 详细描述本发明的实施步骤:

[0031] 1】样品固化:取一小束碳纤维,用环氧树脂和固化剂的混合物固化。所用环氧树脂可以是 6101 环氧树脂,可以是 AG80 环氧树脂,也可以是其他环氧树脂;所用固化剂可以是三乙烯四胺,也可以是其他固化剂;所用环氧树脂和固化剂的比例是环氧树脂和固化剂的类型而定,如 6101 环氧树脂和三乙烯四胺混合物的质量比为 10 : 1,三乙烯四胺占混合物的 9%。

[0032] 2】切片法制备样品；利用切片器将包埋且固化好的碳纤维切出横截面。所用切片器可以是普通的哈氏切片器，切出的横截面，也可以是超薄切片器。

[0033] 3】使用 Raman 光谱测定样品。使用 Raman 光谱分别测定碳纤维横截面两点的石墨

化程度，用 Raman 光谱测得碳纤维的石墨化程度用 R 表示， $R = \frac{I_{1360\text{cm}^{-1}}}{I_{1580\text{cm}^{-1}}}$ ，其中， $I_{1360\text{cm}^{-1}}$

是 Raman 光谱中 1360cm^{-1} 处的峰相对强度，代表乱层石墨碳； $I_{1580\text{cm}^{-1}}$ 是 Raman 光谱中

1580cm^{-1} 处的峰相对强度，代表规整石墨结构碳。所述横截面上两点包括最外层的边缘点 A 和中心点 B，如图 1 所示。两点的 Raman 光谱如图 2 所示。Raman 光谱为法国 HR800，其物镜光斑为 $2\mu\text{m}$ 。

[0034] 4】计算碳纤维的皮芯结构因子；利用皮芯结构因子计算公式计算出碳纤维的皮芯结构因子，用以表征碳纤维的皮芯结构程度。所述皮芯结构因子 (R_{AB}) 计算公式为

$$R_{AB} = \frac{R_A}{R_B}$$

碳纤维均质性越好； R_A 表示边缘点的石墨化程度； R_B 表示中心点的石墨化程度。

[0035] 实施例：取小束经不同温度处理的碳纤维，将 6101 环氧树脂和三乙烯四胺按 10 : 1 的比例混合，用上述混合物将纤维固化，用哈氏切片器切出纤维的横截面，使用 Raman 光谱分别测定碳纤维横截面的 A 和 B 点，如图 1 所示。另外，A 点的 Raman 光谱谱图如图 2(a) 所示，B 点的 Raman 光谱谱图如图 2(b) 所示。利用皮芯结构因子 (R_{AB}) 计算公式

为 $R_{AB} = \frac{R_A}{R_B}$ ，计算出碳纤维的皮芯结构因子，结果如图 3 所示，随着热处理温度的升高碳

纤维的皮芯结构程度增强了，这与研究者的大量研究结果是相一致的。这也就验证了本发明方法的可行性。

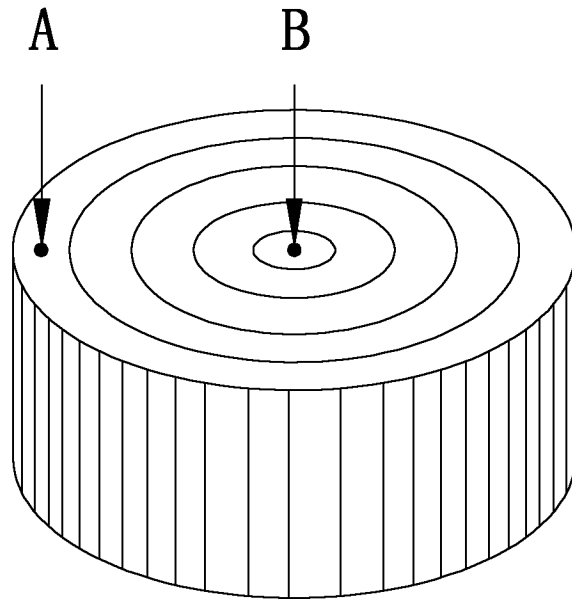
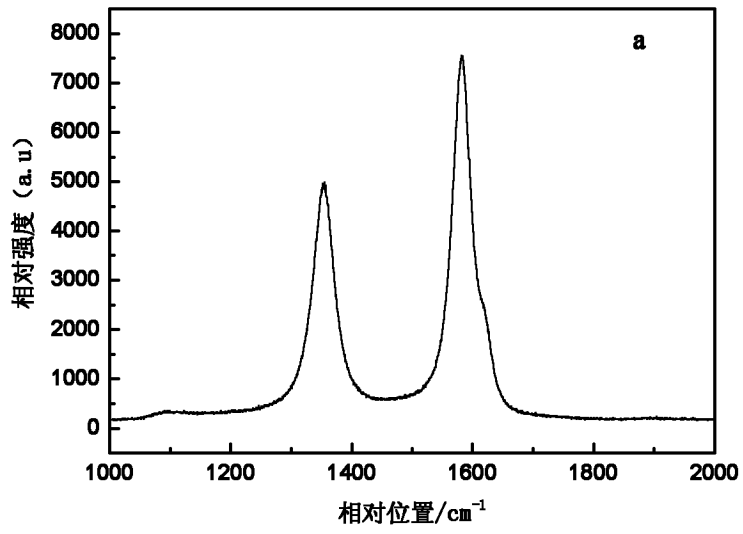


图 1



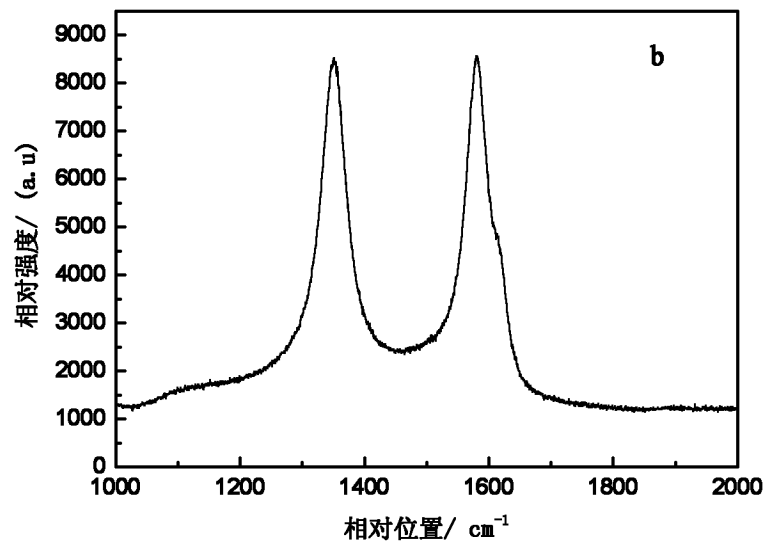


图 2

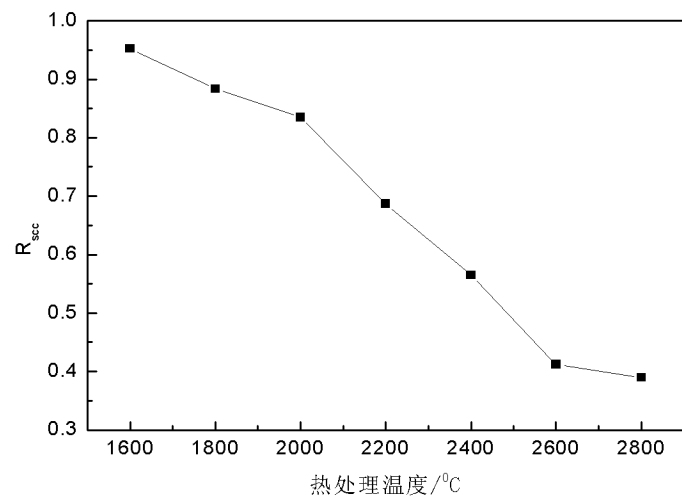


图 3