



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105628542 A

(43) 申请公布日 2016.06.01

(21) 申请号 201510794901.7

(22) 申请日 2015.11.13

(71) 申请人 内蒙古航天红岗机械有限公司

地址 010076 内蒙古自治区呼和浩特市  
1052 信箱

(72) 发明人 程伟

(51) Int. Cl.

G01N 5/00(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页

(54) 发明名称

一种测试碳纤维 / 酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种化学测试方法,具体涉及一种碳纤维 / 酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量的测试方法。在测试碳纤维 / 酚醛树脂预混料树脂含量的过程中,使用的方法为浓硫酸分解法。采用强酸分解消化碳纤维 / 酚醛树脂预混料,分离出预混料中的树脂与碳纤维。在测试其可溶性树脂含量时,采用孔径小的砂芯漏斗,砂芯漏斗孔径要远远小于布湿漏斗孔径,可有效过滤碳纤维粉末,准确测试出碳纤维 / 酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量。本发明解决了现有预混料测试方法无法准确测量碳纤维 / 酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性树脂含量的问题。

1. 一种测试碳纤维/酚醛树脂预混料可溶性树脂含量的方法,包括:1)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中的树脂含量值;2)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中的可溶性树脂含量值;

其中碳纤维/酚醛树脂预混料中的树脂含量值的测试方法如下:

将碳纤维/酚醛树脂预混料试样放在浓硫酸中,加热后滴加过氧化氢溶液,使混合物澄清,然后进行抽滤、冲洗、干燥、称重,得出树脂含量值;

其中碳纤维/酚醛树脂预混料中的可溶性树脂含量值的测试方法如下:

a)在用于测试树脂含量值的碳纤维/酚醛树脂预混料中,重新称取质量为0.5~1.0g的试样,精确至0.1mg,记为 $G_1$ ;

b)选取孔径为3-7 $\mu\text{m}$ 的砂芯漏斗,将所述砂芯漏斗放至烘箱内,在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 下恒温20min,取出放入干燥器冷却20~30min后,在天平上称重,精确至0.1mg,记为 $G_2$ ;

c)将称量后的试样移至所述砂芯漏斗中,经丙酮多次洗涤,直至不再洗涤出树脂为止;

d)将洗涤后的碳纤维和所述砂芯漏斗放入 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥2h,再放入干燥器内冷却至室温,称量所述砂芯漏斗与碳纤维的总重量,精确至0.1mg,记为 $G_3$ ;

e)按照以下公式(2)计算可溶性树脂含量:

$$C = \frac{G_1(1-V) + G_2 - G_3}{G_1(1-V) \times R} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中:

C-可溶性树脂含量,用百分比表示;

$G_1$ -试样质量,单位为g;

$G_2$ -砂芯漏斗质量,单位为g

$G_3$ -干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量,单位为g;

R-树脂含量值,用百分比表示;

V-碳纤维挥发份含量,用百分比表示。

2. 根据权利要求1所述的测试碳纤维/酚醛树脂预混料可溶性树脂含量的方法,其特征在于:其中碳纤维/酚醛树脂预混料中的树脂含量值的具体测试方法如下:

a)称样0.5~1.0g,精确至0.1mg,记为 $M_1$ ;

b)将试样放入烧杯内,注入150mL、95%-98%浓硫酸;

d)在消化温度下,将过氧化氢沿烧杯壁缓慢滴加,边滴加边搅拌,直至使混合液澄清且纤维能浮至液面;将澄清的混合液恒温10min,如又混浊,需再滴加氧化氢、搅拌,至混合液澄清为止;

e)选取3-10 $\mu\text{m}$ 的砂芯漏斗,并将所述砂芯漏斗放至烘箱在,在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 下恒温20min,取出放入干燥器冷却20~30min后,在天枰上称重,精确至0.1mg,记为 $M_2$ ;

f)用蒸馏水稀释澄清并冷却后的混合液,采用所述砂芯漏斗逐步过滤烧杯内消化后的碳纤维,真空抽滤,直至抽滤后的溶液呈中性,最后用丙酮冲洗一次;

g)将抽滤后的碳纤维和所述砂芯漏斗放入 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥2h,再放入干燥器内冷却至室温,称量所述砂芯漏斗与碳纤维的总重量,精确至0.1mg,记为 $M_3$ ;

h)按照以下公式(1)计算树脂含量值:

$$R = \frac{M_1(1-V) + M_2 - M_3}{M_1(1-V)} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

R-树脂含量,用百分比表示；

M<sub>1</sub>-试样质量,单位为g；

M<sub>2</sub>-砂芯漏斗质量,单位为g；

M<sub>3</sub>-干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量,单位为g；

V-碳纤维挥发份含量,用百分比表示。

## 一种测试碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种化学测试方法,具体涉及一种碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性树脂含量的测试方法。

### 背景技术

[0002] 在碳纤维/酚醛树脂预混料制作过程中,首先使碳纤维与酚醛树脂混合,然后对其混料进行烘干。在预混料烘干的过程中,部分树脂未缩聚,即可溶性树脂,也就是通常所说的含胶量。它对制品的力学性能有很大的影响。例如,对于酚醛玻璃纤维增强塑料来说,树脂含量在25%~46%范围内,力学性能较高;树脂含量大于35%时,其力学性能略微降低;树脂含量小于25%时,其力学性能较低;树脂含量在(29±3)%时,力学性能最佳。按照此规律,对于碳纤维/酚醛树脂预混料中,也会出现一最佳树脂含量范围来保证模压制品能够达到最佳力学性能,而准确测试树脂含量是探索模压制品能够达到最佳力值的基础。不溶性树脂含量是表示预混料上的树脂烘干过程中预缩聚的程度。若烘干时间过长,会使不溶性树脂含量迅速增加,严重影响预混料的质量,无法压制出合格的模压制品;反之,若烘干时间过短,会使树脂初步固化不良及预混料挥发分含量过高,给压制工艺带来麻烦。合理地选择烘干时间是保证预混料质量以及模压制品工艺顺利进行的关键,而准确测试不溶性树脂含量是合理调整烘干时间的保证。可溶性树脂含量与不溶性树脂含量之和即为树脂含量。

[0003] 除此之外,若预混料中不溶性树脂和树脂含量所占百分比过高,在模压过程中,易导致产品开裂;若不溶性树脂和树脂含量百分比过低,易使碳纤维产生掉渣现象,不能使产品质量得到有效保障。所以准确测试碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性树脂含量对于提高工艺水平有着重要的指导意义。

[0004] 高硅氧/酚醛树脂预混料和碳纤维/酚醛树脂预混料所用树脂均为F01-36醇溶性酚醛树脂,理论上来说,在测试树脂含量时,碳纤维/酚醛树脂预混料测试方法可以借鉴高硅氧/酚醛树脂预混料的测试方法。但是,两预混料的增强材料不同,一是高硅氧纤维,另一是碳纤维。碳纤维分子键作用力较弱,易成粉末状,易掉渣,而高硅氧纤维分子键作用力较强,不易分散。在测试不溶性树脂含量时,高硅氧纤维抗氧化能力强,而碳纤维升高到某一温度时,会与空气中氧气发生化学反应,所以灼烧温度不宜过高,但是若灼烧温度过低达不到不溶性树脂的挥发温度,最终也无法测试不溶性树脂含量,所以在测试碳纤维/酚醛树脂预混料时,不能直接测试碳纤维/酚醛树脂不溶性树脂含量。两增强材料不同最终会导致两测试方法不同,碳纤维/酚醛树脂预混料测试方法无法借鉴高硅氧/酚醛树脂预混料的测试方法,这也是一直以来无测试碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性含量以及不溶性树脂含量重要原因之一。

### 发明内容

[0005] 鉴于上述现有技术中所存在的问题,本发明的目的在于提供一种碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性树脂含量的测试方法,解决了现有预混料测试方法无法准确

测量碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量和可溶性树脂含量的问题。

[0006] 本发明包括：1)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值；2)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量值；

[0007] 其中碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值的测试方法如下：

[0008] 将碳纤维/酚醛树脂预混料试样放在浓硫酸中，加热后滴加过氧化氢溶液，使混合物澄清，然后进行抽滤、冲洗、干燥、称重，得出树脂含量值；

[0009] 其中碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量值的测试方法如下：

[0010] a)在用于测试树脂含量值的碳纤维/酚醛树脂预混料中，重新称取质量为0.5~1.0g的试样，精确至0.1mg，记为G<sub>1</sub>；

[0011] b)选取孔径为3-7μm的砂芯漏斗，将所述砂芯漏斗放至烘箱内，在80±5℃下恒温20min，取出放入干燥器冷却20~30min后，在天平上称重，精确至0.1mg，记为G<sub>2</sub>；

[0012] c)将称量后的试样移至所述砂芯漏斗中，经丙酮多次洗涤，直至不再洗涤出树脂为止；

[0013] d)将洗涤后的碳纤维和所述砂芯漏斗放入80±5℃烘箱内干燥2h，再放入干燥器内冷却至室温，称量所述砂芯漏斗与碳纤维的总重量，精确至0.1mg，记为G<sub>3</sub>；

[0014] e)按照以下公式(2)计算可溶性树脂含量：

$$[0015] \quad C = \frac{G_1(1-V) + G_2 - G_3}{G_1(1-V) \times R} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

[0016] 式中：

[0017] C-可溶性树脂含量，用百分比表示；

[0018] G<sub>1</sub>-试样质量，单位为g；

[0019] G<sub>2</sub>-砂芯漏斗质量，单位为g

[0020] G<sub>3</sub>-干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量，单位为g；

[0021] R-树脂含量值，用百分比表示；

[0022] V-碳纤维挥发份含量，用百分比表示。

[0023] 其中碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值的具体测试方法如下：

[0024] a)称样0.5~1.0g，精确至0.1mg，记为M<sub>1</sub>；

[0025] b)将试样放入烧杯内，注入150mL、95%~98%浓硫酸；

[0026] c)在通风橱内加热装有酸和试样的烧杯，温度由室温升至285±5℃(选定的温度记为消化温度)，并恒温1h；

[0027] d)在消化温度下，将过氧化氢沿烧杯壁缓慢滴加，边滴加边搅拌，直至使混合液澄清且纤维能浮至液面；将澄清的混合液恒温10min，如又混浊，需再滴加氧化氢、搅拌，至混合液澄清为止；

[0028] e)选取3-10μm的砂芯漏斗，并将所述砂芯漏斗放至烘箱在，在80±5℃下恒温20min，取出放入干燥器冷却20~30min后，在天秤上称重，精确至0.1mg，记为M<sub>2</sub>；

[0029] f)用蒸馏水稀释澄清并冷却后的混合液，采用所述砂芯漏斗逐步过滤烧杯内消化后的碳纤维，真空抽滤，直至抽滤后的溶液呈中性，最后用丙酮冲洗一次；

[0030] g)将抽滤后的碳纤维和所述砂芯漏斗放入80±5℃烘箱内干燥2h，再放入干燥器内冷却至室温，称量所述砂芯漏斗与碳纤维的总重量，精确至0.1mg，记为M<sub>3</sub>；

[0031] h)按照以下公式(1)计算树脂含量值:

$$[0032] \quad R = \frac{M_1(1-V) + M_2 - M_3}{M_1(1-V)} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

[0033] 式中:

[0034] R-树脂含量,用百分比表示;

[0035]  $M_1$ -试样质量,单位为g;

[0036]  $M_2$ -砂芯漏斗质量,单位为g;

[0037]  $M_3$ -干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量,单位为g;

[0038] V-碳纤维挥发份含量,用百分比表示。

[0039] 本发明的有益效果为:

[0040] 本发明首次采用孔径较小的砂芯漏斗测试可溶性树脂含量以及强酸溶解法测试碳纤维/酚醛树脂预混料中的树脂含量值,可精确测量碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值和可溶性树脂含量值。

### 具体实施方式

[0041] 下面对本发明做进一步详细说明。

[0042] 本发明包括步骤:1)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值;2)测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量值;

[0043] 其中碳纤维/酚醛树脂预混料中树脂含量值的测试方法如下:

[0044] (1)主要试验仪器

[0045] 分析天平,感量0.1mg;

[0046] 烧杯:容积250mL;

[0047] 砂芯漏斗:孔径为4 $\mu$ m;

[0048] 吸滤瓶;

[0049] 真空抽滤泵;

[0050] 干燥器;

[0051] 烘箱。

[0052] (2)试剂

[0053] 95%~98%硫酸:分析纯;

[0054] 30%过氧化氢:分析纯;

[0055] (3)具体测试步骤

[0056] a)称样0.5~1.0g,精确至0.1mg,记为 $M_1$ 。

[0057] b)将试样放入烧杯内,注入150mL、95%~98%硫酸。

[0058] c)在通风橱内加热装有酸和试样的烧杯,温度由室温升至285 $\pm$ 5 $^{\circ}$ C(选定的温度为消化温度),并恒温1h(混合液由室温升至消化温度时间不得少于15min)。

[0059] d)在消化温度下,将过氧化氢沿烧杯壁缓慢滴加,边滴加边搅拌,直至使混合液澄清且纤维能浮至液面。将澄清的混合液恒温10min,如又混浊,需再滴加、搅拌,至混合液澄清为止。

[0060] e)将砂芯漏斗放至烘箱在,在80 $\pm$ 5 $^{\circ}$ C下恒温20min,取出放入干燥器冷却20~

30min后,在天枰上称重,精确至0.1mg,记为M2。

[0061] f)用蒸馏水稀释澄清并冷却后的混合液,采用砂芯漏斗逐步过滤烧杯内消化后的碳纤维,真空抽滤,直至抽滤后的溶液呈中性,最后用丙酮冲洗一次。

[0062] g)将抽滤后的碳纤维和砂芯漏斗放入 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥2h,再放入干燥器内冷却至室温,称量漏斗与碳纤维的总重量,精确至0.1mg,记为M3。

[0063] h)树脂含量值按照公式(1)计算:

$$[0064] \quad R = \frac{M_1(1-V) + M_2 - M_3}{M_1(1-V)} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

[0065] 式中:

[0066] R-树脂含量,用百分比表示;

[0067] M1-试样质量,单位为g;

[0068] M2-砂芯漏斗质量,单位为g;

[0069] M3-干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量,单位为g;

[0070] V-碳纤维挥发份含量,用百分比表示。

[0071] 注:已有测试碳纤维/酚醛树脂预混料挥发分的试验方法,故不在做陈述。

[0072] 其中碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量测试方法如下:

[0073] (1)主要试验仪器

[0074] 分析天枰,感量0.1mg;

[0075] 烧杯:容积250mL;

[0076] 砂芯漏斗:孔径 $4\mu\text{m}$ ;

[0077] 吸滤瓶;

[0078] 干燥器;

[0079] 烘箱。

[0080] (2)试剂

[0081] 丙酮:分析纯;

[0082] (3)具体测试步骤

[0083] a)在用于测试树脂含量值的碳纤维/酚醛树脂模压料中(测试树脂含量和可溶性树脂含量的试样必须是同一批次),重新称取质量为0.5~1.0g的试样,精确至0.1mg,记为G1。

[0084] b)将砂芯漏斗放至烘箱内,在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 下恒温20min,取出放入干燥器冷却20~30min后,在天枰上称重,精确至0.1mg,记为G2。

[0085] c)将称量后的试样移至砂芯漏斗中,经丙酮多次洗涤,直至不再洗涤出树脂为止(一般洗涤时间1.5h)。

[0086] d)将洗涤后的碳纤维和砂芯漏斗放入 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥2h,再放入干燥器内冷却至室温,称量砂芯漏斗与碳纤维的总重量,精确至0.1mg,记为G3。

[0087] e)可溶性树脂含量按照公式(2)计算:

$$[0088] \quad C = \frac{G_1(1-V) + G_2 - G_3}{G_1(1-V) \times R} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

[0089] 式中:

- [0090] C-可溶性树脂含量,用百分比表示;
- [0091] G1-试样质量,单位为g;
- [0092] G2-砂芯漏斗质量,单位为g
- [0093] G3-干燥后的砂芯漏斗与碳纤维总质量,单位为g;
- [0094] R-树脂含量,用百分比表示;
- [0095] V-碳纤维挥发份含量,用百分比表示。
- [0096] 与现有最好技术相比,本发明的优点在于:
- [0097] 1)目前测试纤维/树脂预混料树脂含量的漏斗均为布湿漏斗,试验过程中使用的砂芯漏斗孔径较小,可有效过滤碳纤维粉末,准确测试出碳纤维/酚醛树脂预混料中可溶性树脂含量。
- [0098] 2)在测试碳纤维/酚醛树脂预混料树脂含量的过程中,使用的方法为酸分解法。采用强酸分解消化碳纤维/酚醛树脂预混料,分离出预混料中的树脂与碳纤维,在测试纤维/树脂预混料树脂含量的所有方法中,属首次。