

全统计法测量复合材料中短纤维的长度及其分布

张志成, 郑元锁

(西安交通大学 环化学院高聚物研究所, 陕西 西安 710049)

摘要: 提出了一种测量短纤维橡胶复合材料中短纤维长度及其分布的方法——全统计法。先用溶剂将未硫化复合材料中的短纤维分离出来, 并使其均匀分布于有多个长条形区域的表面皿上, 然后对部分长条形区域中的纤维进行全统计测量。该测试方法简便、数据准确。

关键词: CR; 短纤维; 复合材料; 长度; 全统计法

中图分类号: TQ330.38⁺9 **文献标识码:** B **文章编号:** 1000-890X(2002)05-0303-04

短纤维增强复合材料具有易加工成型、生产周期短及各向同性等优点, 其应用领域日益扩大。短纤维增强复合材料中的短纤维长度及其分布直接影响复合材料的力学性能。目前, 复合材料中短纤维长度的统计方法有以下4种:

(1) 燃烧法

对于玻璃纤维或碳纤维复合材料, 可以采用燃烧法, 即在高温下将聚合物燃烧掉, 然后用水将纤维从燃烧灰烬中分离出来, 并随机分散到玻璃盘上, 将用显微镜放大后的图像传输到计算机上进行测量^[1, 2]。由于采用该方法无法对可燃烧的有机纤维进行测量, 因而受到限制。

(2) 溶解法

赵东宇等^[3]采用溶解法对碳纤维增强热塑性复合材料中的短纤维长度进行统计。具体方法是, 用溶剂将短纤维分离, 再用滤纸过滤后干燥, 然后剪取面积为1 cm²的正方形滤纸, 将其上的短纤维分散到载玻片上, 用显微镜(放大10倍)对载玻片上不同位置的短纤维进行随机观察、拍照。将照片放大后, 准确测出短纤维的长度。但是, 由于剪取滤纸的时候很容易造成纤维的二次破坏, 并且如果滤纸纤维与复合材料中短纤维的直径相差不大的话, 也很容易造成假象。

(3) 铜网捞取法

秦蜀懿等^[4]采用铜网捞取法用扫描电子显微镜(SEM)对复合材料中纤维的长度进行测量。具体方法是: 先将短纤维加入硅溶胶溶液中, 搅拌使其分散, 制成预制件后再揭下一层纤维, 放入丙酮溶液中, 使其充分分散, 然后用铜网反复捞取, 再用体式显微镜观察, 若捞起的是分散均匀且平躺的纤维即可, 最后用SEM进行低倍观察, 在照片上直接逐一测量短纤维长度。这种方法的缺点是取样存在很大的偶然性。

(4) 间接法

Zak G 等^[5]采用间接法对纤维长度进行预测, 通过对两个相距很近的截面上纤维的断面进行计算推测其具体长度, 但是测得的结果分散性很大, 不能准确反映纤维的真实长度。

本工作采用全统计法测量聚酯-CR复合材料中所有短纤维的长度及长度分布情况, 现将有关情况介绍如下。

1 实验

1.1 原材料

聚酯长丝, 上海合成纤维研究所产品; CR, 牌号为4172, 西北橡胶塑料设计研究院产品。

1.2 复合材料的制备

将直径分别为17.75和22.25 μm 的聚酯纤维裁切成长度约为0.5 m的纤维束, 用牛皮纸包

作者简介: 张志成(1977-)男, 山东莱西人, 西安交通大学环化学院高聚物研究所硕士研究生, 主要从事短纤维复合材料增强理论的研究。

裹后,在其外表面粘贴一层带有刻度的纸条(如坐标纸),按照所需的长径比,分别裁切成长度为 2.8 和 3.6 mm 的短纤维。

将CR 在开炼机上进行返炼,再将短纤维加入胶料中混炼到白色纤维束消失,倒胶 8 次、薄通 5 次,得到短纤维均匀分布的 CR-聚酯复合材料。

1.3 短纤维长度的全统计测量方法

取一小块制备好的 CR-聚酯复合材料,用甲苯溶剂溶解,静置一段时间,待纤维沉淀后,用带针头的注射器吸取上层溶液,到溶液剩余深度约为 1 cm 时停止吸取。将剩余溶液倒入另一个干净的小烧杯中,用少量溶剂清洗烧杯,尽量不使底部的填料冲起来,将洗液倒掉,再加入适量溶剂,

直至上层的溶液澄清为止。抽掉上层溶液后,把剩余的溶液连同纤维一起移至一个分成多个小长条区域的小表面皿中,使溶剂自然挥发,纤维会随机地排列在表面皿的底部,用显微镜放大 40 倍后依次对小区域中的纤维长度进行全统计测量。

2 结果与讨论

2.1 统计数量的确定

为了确定一个具有代表意义的统计数量,我们对短纤维直径为 17.75 μm、长度为 2.8 mm、用量为 10 份的复合材料试样中的短纤维长度及分布进行全统计测量,结果见表 1。不同统计数量短纤维长度分布见图 1。

表 1 复合材料中短纤维长度分布

项 目	纤维长度/mm										分散 因数
	<0.6	<1.0	<1.4	<1.8	<2.2	<2.6	<3.0	<3.4	≥3.4	平均	
100 根纤维											0.421
质量分数	0.020 0	0.250 0	0.310 0	0.220 0	0.080 0	0.060 0	0.040 0	0.010 0	0.000 0	0.013 7	
平均长度/mm	0.41	0.84	1.19	1.56	1.98	2.35	2.79	3.02	—		
200 根纤维											0.424
质量分数	0.030 0	0.220 0	0.315 0	0.185 0	0.100 0	0.070 0	0.070 0	0.005 0	0.000 0	0.014 4	
平均长度/mm	0.43	0.85	1.20	1.57	1.97	2.36	2.75	3.02	—		
300 根纤维											0.418
质量分数	0.023 3	0.220 0	0.350 0	0.180 0	0.093 3	0.066 7	0.060 0	0.003 3	0.000 0	0.014 2	
平均长度/mm	0.42	0.85	1.20	1.57	1.96	2.35	2.77	3.02	—		
400 根纤维											0.416
质量分数	0.020 0	0.217 5	0.335 0	0.187 5	0.102 5	0.072 5	0.057 5	0.000 5	0.000 0	0.014 4	
平均长度/mm	0.41	0.85	1.20	1.56	1.99	2.37	2.77	3.17	—		
500 根纤维											0.412
质量分数	0.018 0	0.230 0	0.328 0	0.188 0	0.098 0	0.074 0	0.056 0	0.006 0	0.000 0	0.014 3	
平均长度/mm	0.43	0.84	1.20	1.56	1.99	2.39	2.78	3.20	—		
600 根纤维											0.411
质量分数	0.018 3	0.221 7	0.325 0	0.191 7	0.101 7	0.076 7	0.053 3	0.010 0	0.000 0	0.014 4	
平均长度/mm	0.43	0.83	1.20	1.56	1.99	2.39	2.77	3.19	—		
700 根纤维											0.412
质量分数	0.018 6	0.218 6	0.324 3	0.201 7	0.095 7	0.075 7	0.050 0	0.008 6	0.000 0	0.014 4	
平均长度/mm	0.44	0.83	1.20	1.56	1.99	2.40	2.77	3.19	—		
800 根纤维											0.410
质量分数	0.017 5	0.215 0	0.326 2	0.205 0	0.098 8	0.078 8	0.048 8	0.008 8	0.000 0	0.014 4	
平均长度/mm	0.44	0.83	1.20	1.56	1.98	2.41	2.77	3.18	—		
900 根纤维											0.407
质量分数	0.015 6	0.221 1	0.326 7	0.208 9	0.098 9	0.074 4	0.044 4	0.008 9	0.000 0	0.014 3	
平均长度/mm	0.44	0.83	1.20	1.56	1.98	2.41	2.77	3.18	—		
1 000 根纤维											0.406
质量分数	0.015 0	0.221 0	0.329 0	0.213 0	0.095 0	0.074 0	0.043 0	0.009 0	0.000 0	0.014 3	
平均长度/mm	0.44	0.83	1.19	1.56	1.98	2.40	2.77	3.19	—		

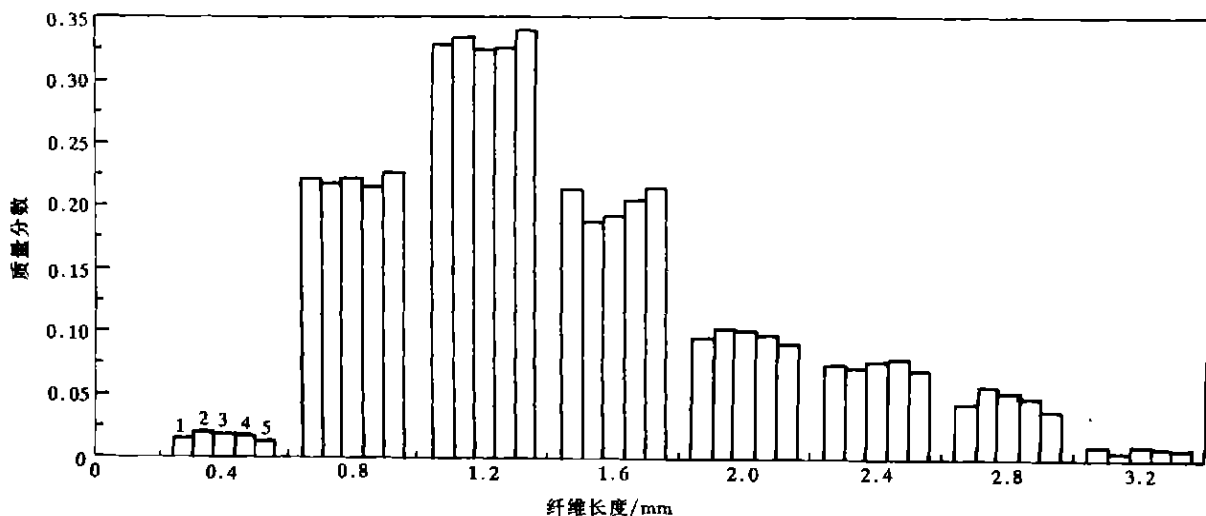


图 1 不同统计数量短纤维长度分布

1—200 根纤维; 2—400 根纤维; 3—600 根纤维; 4—800 根纤维; 5—1 000 根纤维

从表 1 和图 1 可以看出, 当测量纤维的根数为 400 根时, 纤维的平均长度与 1 000 根纤维的统计结果只差 0.70%, 分散因数从纤维根数为 500 根开始趋于稳定。当短纤维根数超过 600 根时, 纤维在各个长度段的分布以及各段长度的平均值都没有较大的变化。因而可以认为, 按照条形区域依次全统计测量 600 根纤维的长度就可以反映复合材料中短纤维长度的真实分布。

2.2 可靠性分析

为了对数据的可靠性进行验证, 在纤维直径为 $22.25\ \mu\text{m}$ 、长度为 $3.6\ \text{mm}$ 、用量为 5 份的复合材料试样的两个不同部位选取短纤维, 并进行了比较分析, 结果如图 2 所示。

从图 2 可以看出, 所选两个试样各长度段中短纤维的长度及分布很接近, 且总平均长度偏差小于 4%, 分散因数相差小于 5%。

2.3 与铜网捞取法的比较

选取短纤维直径为 $17.75\ \mu\text{m}$ 、长度为 $2.8\ \text{mm}$ 、用量为 30 份的复合材料试样, 先用 70 目的铜网从经过搅拌的溶液中捞取纤维, 再将其全部转移到小表面皿中, 对其进行统计分析。同时采用全统计法对试样进行分析测试。

铜网捞取法和全统计法分析测量的短纤维长度及其分布比较结果如图 3 所示。

从图 3 可以看出, 采取铜网捞取法测得长度小于 $1.0\ \text{mm}$ 短纤维的量明显低于全统计法, 而

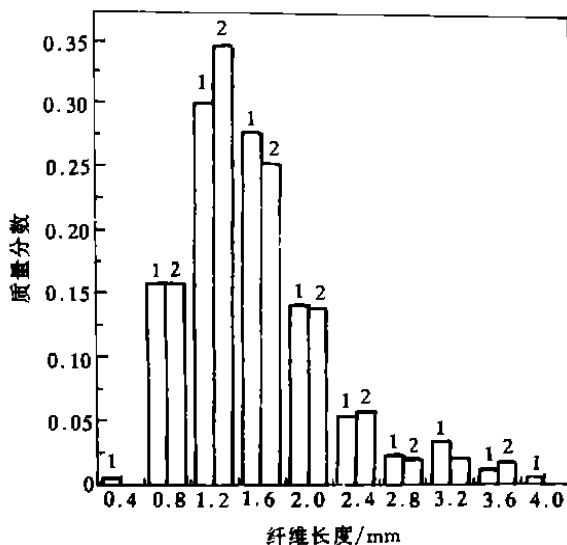


图 2 试样不同部位短纤维长度分布

1—部位 1, 短纤维平均长度为 $1.5144\ \text{mm}$; 2—部位 2, 短纤维平均长度为 $1.5627\ \text{mm}$

长度大于 $1.6\ \text{mm}$ 短纤维的量高于全统计法。这说明采用铜网捞取法进行统计测量时, 由于短纤维悬浮液中纤维的流动, 使细小纤维易于从网边和网孔流失, 因此不能客观表达短纤维复合材料中纤维长度分布。采用这两种方法所测量的短纤维的平均长度偏差大于 10%, 分散因数偏差甚至达到 50%。

3 结语

通过对不同试样和相同试样不同部位取样进

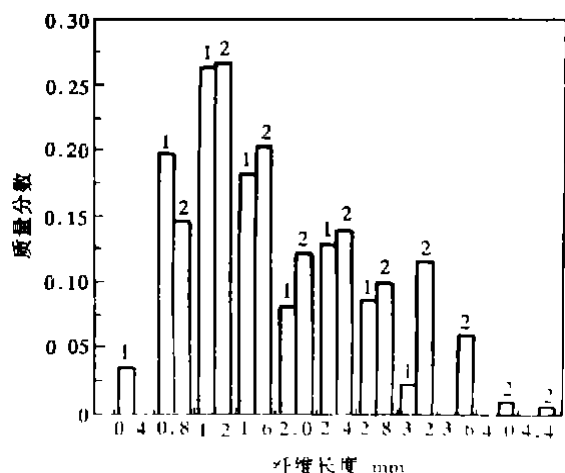


图3 不同纤维取样方法的分析测量结果

1—全统计法, 短纤维平均长度为 1.569 9 mm; 2—铜网捞取法, 短纤维平均长度为 1.719 4 mm

行验证表明, 采用全统计法测得的纤维长度及其分布比采用铜网捞取法具有更高的准确性, 它适用于统计分析各种纤维增强复合材料, 并且简便、

客观, 弥补了其它方法的不足。

参考文献:

- [1] Fu S Y, Lauke B, Mader E *et al*. Tensile properties of short-glass-fiber and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites[J]. *Composites Science and Technology: Part A*, 2000 (31): 1 117-1 125.
- [2] 贺建芸, 张立群, 程源. 玻璃短纤维热塑性聚氨酯复合材料的性能研究[J]. *橡胶工业*, 1999, 46(1): 3-7.
- [3] 赵东宇, 李滨耀, 余赋生, 等. 碳纤维长度及其分布对复合材料力学性能的影响[J]. *黑龙江大学自然科学学报*, 1997, 14 (4): 84-87.
- [4] 秦蜀懿, 张喜燕, 刘世楷. 一种测量复合材料中短纤维平均长度的新方法[J]. *稀有金属材料与工程*, 1995, 24(2): 71-75.
- [5] Zak G, Haberer M, Park B C, *et al*. Estimation of average fiber length in short-fiber composites by a two-section method[J]. *Composites Science and Technology*, 2000(60): 1 763-1 772.

收稿日期: 2001-12-31

Measurement of fibre length and distribution in short fibre/ rubber composite with statistics method

ZHANG Zhi-cheng, ZHENG Yuan-suo

(Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: A method to measure the length and distribution of fibre in short fibre/ rubber composite is proposed. At first, the short fibre is separated from the rubber in the unvulcanized composite with toluene and transferred onto a special glass-dish. The distribution of short fibre length can be obtained by measuring all fibres on the dish. The proposed method features correct and easy for operation.

Keywords: CR; short fibre; length; composite; statistics

中亚合资 CR 项目通过评审

中图分类号: TQ333.5 文献标识码: D

中国与亚美尼亚合资年产 3 万 t CR 项目可行性研究报告日前通过了山西省经贸委主持的评审。

中亚合资 CR 项目的中方山西合成橡胶集团有限责任公司是目前我国最大的 CR 生产企业, 其 CR 产品在国内的市场占有率达到 34% 以上。但由于该公司现有的 CR 用单体及聚合工艺在生产安全性方面较差, 产品质量不稳定, 品种单一,

原材料及公用工程消耗定额远远高于世界同类装置水平, 致使“三废”排放量大, 制约了企业的发展。

该项目的亚方合营者亚美尼亚纳依里特科研生产股份有限公司的生产工艺在国际上较为先进。合作双方已于去年 10 月在北京签订了合资建设年产 3 万 t CR 的合同。该项目投资总额为 8.36 亿元, 注册资本为 2.8 亿元, 其中中方占 60%, 亚方占 40%。

(摘自《中国化工报》, 2002-02-09)