

# 不同处理温度对聚丙烯腈基碳纤维力学性能影响规律的研究

石晓斌 许正辉

( 航天材料及工艺研究所 北京 100076 )

沈曾民

( 北京化工大学 北京 100029 )

**文 摘** 分析研究了聚丙烯腈基 1K 碳纤维在不同热处理温度下密度及力学性能变化。通过研究发现聚丙烯腈基 1K 碳纤维随温度上升,拉伸强度先上升后下降,拉伸模量随温度上升而增加,密度随温度的增加而增加。总结了经过高温处理后碳纤维的拉伸强度保持率,初步分析了拉伸强度—温度变化趋势的原因。

**关键词** 碳纤维,热处理,力学性能

## Mechanical Properties of PAN Carbon Fibers with Different Temperature Treatment

Shi Xiaobin Xu Zhenghui

( Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology Beijing 100076 )

Shen Zengmin

( Beijing Institute of Chemical Technology Beijing 100029 )

**Abstract** Mechanical properties and densities of 1K PAN carbon fibers with different temperature treatment are investigated in this paper. It is indicated that the tensile strength increases at first and then decreases, and both modulus and densities increase at all time with rising of treat temperatures for the PAN carbon fibers. Tensile strength retention of carbon fibers after heat treatment is summarized and the tensile strength versus treat temperature is also analyzed.

**Key words** Carbon fiber, Heat treatment, Mechanical property

### 1 前言

碳纤维增强碳基材料的力学性能和损伤破坏规律取决于碳纤维增强体和基体碳材料的性质,同时也受到复合材料本身的增强结构和微观结构的影响。碳/碳复合材料承载时,碳基体以某种方式传递破坏载荷,碳纤维增强体承担破坏载荷,值得注意的是增强体碳纤维本身力学性能往往具有很大的统计分散性,而这种统计分散性导致了材料破坏过程的

复杂性,在外载的作用下,性能最弱的碳纤维先受到破坏,此时复合材料的应力场又发生了较大变化,最终影响到复合材料的破坏过程。

碳/碳材料由织物到复合完成需要经过多次高温处理,不同的温度处理会对碳纤维产生不同的影响,而复合材料所受到的载荷主要由碳纤维增强体来承担,因此研究不同温度处理对碳纤维的力学性能的影响对指导碳/碳材料复合工艺有着积极的意

收稿日期:2000-05-19;修回日期:2001-03-20

石晓斌,1972年出生,工程师,主要从事碳/碳材料的研究工作

宇航材料工艺 2001年 第3期

— 29 —

义。

本文采用北京化工大学的石墨纤维制作设备对吉炭生产的聚丙烯腈 1K 碳纤维在不同温度下作了处理,并对热处理后纤维进行了力学性能的综合测试,以寻求不同处理温度对碳纤维力学性能的影响规律。

## 2 实验

### 2.1 样品

本文采用的碳纤维为吉林炭素厂生产的 1K 聚丙烯腈基(PAN 基)碳纤维。

### 2.2 设备

北京化工大学石墨纤维生产线,牵伸比值为 1:1.03。

### 2.3 实验方法和测试

#### 2.3.1 实验方法

在很大的样本量中随机选择 10 筒纤维,在轻微的牵伸张力下通过石墨纤维生产线最高温度平衡区,平衡区温度值分别为 1 800、1 900、2 000、2 300、2 500,持续时间足够完成对碳纤维的温度处理,然后按国标 GB3363 取样测试,每筒纤维每个温度点各取 10 个样进行了力学性能测试。

#### 2.3.2 性能测试

(1)强度测试;(2)拉伸模量测试;(3)拉伸断裂应变测试;(4)线密度测试;(5)体积密度测试。

## 3 结果与讨论

### 3.1 样品的常温性能研究

所测试的 10 筒吉炭碳纤维拉伸强度数据如表 1 所示。

表 1 吉林炭素厂 1K 碳纤维常温力学性能数据表

Tab.1 Mechanical properties of 1K carbon fibers at normal temperature

样品	拉伸强度	拉伸模量	断裂伸长	线密度	密度
	/ GPa	E/ GPa	/ %	/ mg m <sup>-1</sup>	d/ g cm <sup>-3</sup>
1 <sup>#</sup>	3.08	211.4	1.35	56.3	1.76
2 <sup>#</sup>	2.85	217.7	1.28	58.0	1.76
3 <sup>#</sup>	3.27	218.5	1.47	55.9	1.76
4 <sup>#</sup>	2.86	225.7	1.33	57.2	1.76
5 <sup>#</sup>	2.81	232.9	1.19	53.7	1.76
6 <sup>#</sup>	3.22	219.8	1.44	54.4	1.76
7 <sup>#</sup>	3.15	216.1	1.42	56.3	1.76
8 <sup>#</sup>	3.57	221.5	1.89	55.8	1.76
9 <sup>#</sup>	3.26	224.7	1.44	54.8	1.76
10 <sup>#</sup>	3.10	215.7	1.44	57.3	1.76

### 3.2 碳纤维经不同温度处理后的力学性能

10 筒样品拉伸强度及其平均值随处理温度的变化趋势见图 1、图 2。

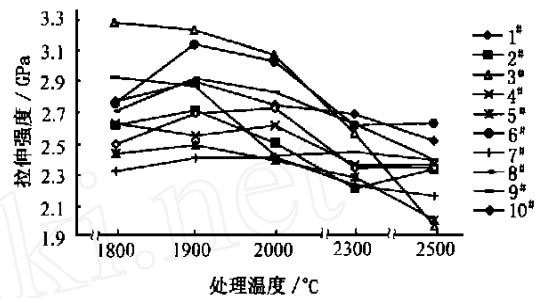


图 1 拉伸强度随不同处理温度的变化趋势

Fig.1 Tensile strength vs heat treatment temperature

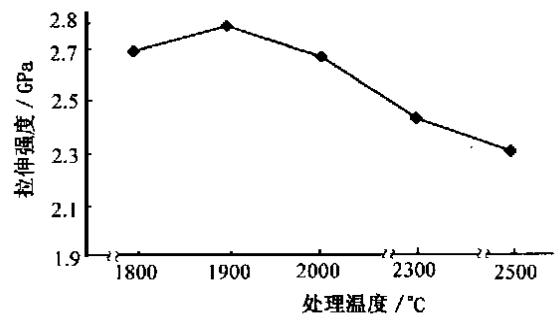


图 2 拉伸强度平均值随不同处理温度的变化趋势

Fig.2 Tensile strength average vs heat treatment

由图 1、图 2 中可以看出,当温度由 1 800 至 1 900,纤维的拉伸强度呈上升趋势,形成一最高点,随着温度的继续上升,拉伸强度逐渐下降。且 10 筒样品在不同温度点的拉伸强度成一定的统计分布,每筒样品的拉伸强度在各个温度点的上升或下降幅度不一致,但上升下降的幅度和常温拉伸强度的高低没有什么明显联系,如 3<sup>#</sup> 样品与其他样品相比常温及 1 800 时拉伸强度都很高,但 2 500 时拉伸强度却明显低于其他样品。

为了更好的了解拉伸强度经不同温度处理后的变化趋势,将经过不同温度处理后拉伸强度的保持率列于表 2。

由表 2 可以看出,经 2 500 处理后碳纤维的拉伸强度保持率在 50%~85% 区间内,其中最小的拉

伸强度仅有常温拉伸强度的 53%。考虑到实际的材料复合过程中,碳纤维的强度不仅受到温度的影响,还受到界面状况等各种复杂的条件的影响,碳纤维的强度保持率应比这个值还要低。

表 2 碳纤维经不同温度处理后拉伸强度的保持率

Tab.2 Mechanical property of retentions carbon fibers after different heat treatment temperatures %

试样	1800	1900	2000	2300	2500
1#	89.1	92.9	88.1	77.2	71.8
2#	91.7	94.5	87.9	69.5	72.4
3#	98.7	97.1	92.0	76.3	53.3
4#	91.7	89.1	91.0	83.0	83.0
5#	87.2	88.8	85.6	82.0	73.4
6#	84.3	95.8	92.3	79.5	79.5
7#	72.7	75.3	75.3	69.5	67.3
8#	71.4	77.9	75.0	68.6	61.2
9#	88.1	86.2	72.0	72.7	71.1
10#	79.8	85.9	86.8	74.7	74.7
平均值	85.5	88.4	84.6	77.0	73.0

10 筒碳纤维拉伸模量随不同处理温度的变化趋势见图 3、图 4。

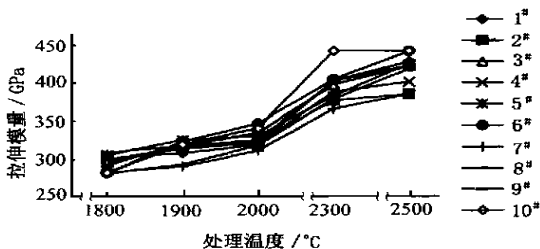


图 3 拉伸模量随不同处理温度的变化趋势

Fig.3 Tensile modulus vs heat treatment temperature

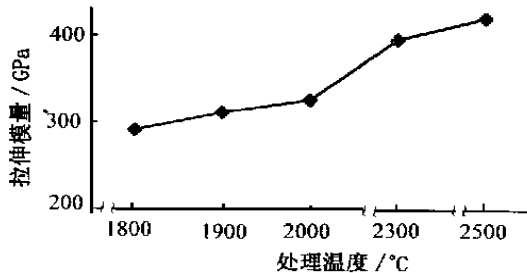


图 4 拉伸模量平均值随不同处理温度的变化趋势

Fig.4 Tensile modulus average vs heat treatment temperature

由图 3、图 4 可以看出,各样品的拉伸模量数据统计分散性与拉伸强度相比要小得多,且模量随温度的升高逐渐升高,但是每种样品的升幅不同,没有 1800 模量高就一定保证 2 500 模量高的规律,也即是每种样品的变化曲线重复交叉而非平行。

为了更好的了解拉伸模量随不同处理温度的变化趋势,将经不同温度处理后拉伸模量的上升比率列于表 3。

表 3 不同温度处理后拉伸模量的上升比率( $E/E_{常温}$ )

Tab.3 Tensile modulus rise percentage of carbon fibers after different heat treatment temperatures %

试样	1800	1900	2000	2300	2500
1#	42.6	46.0	51.2	90.5	102.8
2#	37.6	44.0	47.7	72.5	76.6
3#	35.8	45.4	53.2	82.1	93.6
4#	29.2	42.0	40.7	71.7	77.4
5#	31.3	39.5	41.6	64.0	82.4
6#	28.2	46.8	57.3	83.6	100.9
7#	30.6	34.3	44.0	69.0	78.2
8#	26.6	32.0	43.2	70.3	88.3
9#	37.3	40.9	44.0	78.7	88.0
10#	30.6	47.7	57.4	104.6	104.6
平均值	33.0	41.8	48.0	78.5	89.2

由表 3 可以看出,经 2 500 处理后碳纤维的拉伸模量较空白样拉伸模量上升近 75%~105%。

### 3.3 碳纤维经不同温度处理后密度的变化

10 筒碳纤维经不同温度处理后的密度变化见图 5。

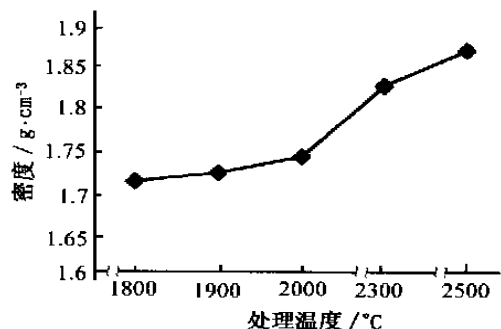


图 5 碳纤维密度随不同处理温度的变化

Fig.5 Density of carbon fibers vs heat treatment temperature

图 5 表明碳纤维密度随处理温度的上升而增

加。

本文认为导致碳纤维的拉伸强度—温度曲线在 1 900 出现高点的原因是碳纤维本身氮含量的变化所致。在 1 900 附近,碳纤维内所含的氮成分完全失去,六角碳环平面重新重排,逐渐趋于完整,并且更有序化,向完整的石墨晶形转化,同时由于氮成分的失去在碳纤维表面形成缺陷,从而影响碳纤维的拉伸强度。晶型的变化可从密度的变化规律得到佐证。

吉炭碳纤维空白样是由 PAN 原丝经过 1 200 ~ 1 300 处理而成,空白样的强度与氮的含量有很大的关系,一般而言,同种纤维氮的含量在允许的范围内较高,拉伸强度也较高,但是高的氮含量对经多次高温处理后复合材料内碳纤维的强度变化有很大影响,氮元素的失去会造成表面缺陷,影响碳纤维强

度<sup>[1]</sup>。

#### 4 结论

(1) 吉炭 PAN 基碳纤维经不同热处理温度后其拉伸强度在 1 900 处形成高点,而后随温度的上升拉伸强度均下降。抗拉模量随温度的上升而增加。密度随温度的上升而增加。

(2) 吉炭 PAN 基碳纤维经不同热处理温度后其拉伸强度、拉伸模量的变化与空白样本身的强度和拉伸模量大小没有明显关系。

(3) 吉炭 PAN 碳纤维经 2 500 热处理温度后其拉伸强度保持率为 50 % ~ 85 %。

#### 参考文献

- 1 Fitzer E, Manocha L M. Carbon reinforcements and carbon/carbon composites. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998: 21 ~ 25

---

## 染色瓷质氧化工艺

染色瓷质氧化工艺是一种防护性、装饰性表面处理工艺,适用于大部分铝及铝合金材料。氧化膜平滑且有光泽,抗腐蚀性能好。根据不同的材料和工艺条件,其色调可为乳白、乳黄、淡灰、灰、深灰。

本工艺适用于含铜为 4 % 左右的硬铝合金的氧化处理,并可根据需要进行染色处理。本成果可应用于民品生产中,使产品具有特色的装饰效果;应用于有“三防”要求的军品的防护装饰氧化处理,染色后的军品颜色可作为识别的标志色。

本工艺膜层致密,抗蚀性能好;膜层有光泽,细腻,手感光滑,具有瓷釉或塑料外观;氧化后的零件保持原有的粗糙度与精度,并能掩盖上道工序在表面上造成的轻微划痕;膜层与基体材料的附着力好,在承受变形时不脱落。经 168 h 盐雾试验,抗盐雾性能符合相关标准要求;防潮性能与防霉菌性能均满足相应的标准要求;外观质量符合《铝及铝合金瓷质阳极氧化膜层技术条件》的标准。

## 塑料制品表面质量控制技术

在塑料制品的生产中,目前对于结构及形状复杂的制品,经注塑后产品表面常出现表面缩坑质量问题,既影响装配质量又影响外观质量,是塑料制品生产中的一个难题。本成果应用多元素正交法进行试验研究,获得了较理想的控制方法及最佳工艺参数。生产出的注塑制品表面光滑、平整,缩坑减小。测定表明,平均缩坑小于 0.04 mm,比原缩坑 0.18 mm 低 3/4,达到或接近国外同类产品表面质量水平。产品合格率 98 %,变形量 0.4 mm,目测表面无缩坑。经济效益明显。

· 李连清 ·

宇航材料工艺 2001 年 第 3 期