



中华人民共和国国家标准

GB/T 23442—2009

聚丙烯腈基碳纤维原丝结构和形态的测定

Determination of structure and morphology for the precursors
of polyacrylonitrile-based carbon fibers

2009-03-28 发布

2010-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国纤维增强塑料标准化技术委员会(SAC/TC 39)归口。

本标准起草单位:中国科学院化学研究所、吉林大学、中国科技大学。

本标准起草人:唐亚林、徐坚、金熹高、刘芬、陈岗、闫寿科、李林、鲁非、沈德言、王春忠、黄祖飞。

本标准首次发布。

聚丙烯腈基碳纤维原丝结构和形态的测定

1 范围

本标准规定了聚丙烯腈(PAN)基碳纤维原丝结构和形态的测定。

本标准适用于测定聚丙烯腈(PAN)基碳纤维原丝(以下简称原丝)的平均分子量及分子量分布、共聚组成、立构规整性、晶区取向函数、表面元素组成、表面形貌及表面粗糙度、微孔洞缺陷、玻璃化转变温度、预氧化热效应和热失重。也适用于测定聚丙烯腈基碳纤维表面元素组成、表面形貌及表面粗糙度和微孔洞缺陷。

2 聚丙烯腈基碳纤维原丝分子量及分子量分布宽度指数的测定 凝胶渗透色谱法

2.1 方法概述

根据分子的尺寸大小,在色谱柱中的保留时间的长短,用示差折光检测器测出其淋出液的浓度,得到被测物质分子量从大到小分布的凝胶渗透色谱曲线。

根据已知分子量标样的淋出体积 V_e 与分子量 M 之间关系式及各参数的定义式分别计算出数均分子量、重均分子量以及分子量分布宽度指数等数值。

2.2 试剂和材料

2.2.1 N,N-二甲基甲酰胺(DMF),分析纯;

2.2.2 溴化锂(LiBr),分析纯;

2.2.3 有机溶剂过滤膜,孔径为 $0.45 \mu\text{m}$ 。

2.3 仪器和设备

2.3.1 凝胶渗透色谱仪:主要包括色谱柱、柱温箱、输液泵、进样装置、示差折光检测器测、计算机及相应数据处理软件;

2.3.2 分析天平:感量 0.1 mg ;

2.3.3 样品瓶:玻璃材质, 1 mL ;

2.3.4 超声波清洗器;

2.3.5 注射器:不小于 $1 \mu\text{L}$ 。

2.4 试样制备

将溴化锂与 N,N-二甲基甲酰胺配制成 0.05 mol/L 的混合溶剂,用有机溶剂过滤膜在室温下过滤后备用。取原丝样品 $3 \text{ mg} \sim 7 \text{ mg}$ 放入上述溶剂中,配制成质量分数为 $0.3\% \sim 0.7\%$ 的样品液,在 $40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}$ 下充分溶解样品,再用有机溶剂过滤膜过滤样品液置于样品瓶中。

2.5 操作步骤

2.5.1 将按 2.4 配制好的溶剂经超声脱泡处理后,倒入凝胶渗透色谱仪储剂瓶中,该溶剂流经色谱柱时的流速为 1.0 mL/min ,色谱柱的柱温为 $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

2.5.2 选用不少于 3 个已知重均分子量(分子量范围在 $10^3 \sim 10^6$ 之间),窄分布(不大于 3)的聚丙烯腈样品作为标样,分别通过示差折光检测器得到其淋出体积浓度变化曲线,根据公式(1)及渐进拟合获得聚丙烯腈的标定曲线。用该标定曲线计算聚丙烯腈碳纤维原丝试样的分子量及分子量分布宽度指数。

$$\lg M = A - BV_e \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

M ——分子量;取整数;

V_e ——淋出体积,单位为毫升(mL);