阻燃碳纤维强伸性影响因素的质量分析模型研究

殷祥刚[1,3]，管小卫[2]，严洪飞[3]，孙灏明[1,3]，魏　峰[1,3]，陈　蕾[1]

(1.江苏出入境检验检疫局纺织工业产品检测中心，江苏 无锡 214174；
2.无锡容川科技有限公司，江苏 无锡 214021；
3.无锡出入境检验检疫局，江苏 无锡 214101)

摘　要：基于灰色优势分析理论，建立了研究碳纤维线密度、体积密度和润湿接触角与碳纤维强伸性能关系的质量分析模型。根据模型计算得到的关联度矩阵结果，分析表明碳纤维密度对碳纤维单丝强度和断裂伸长性能影响最大，这同理论分析及生产实际情况完全一致。

关键词：灰色优势分析；阻燃碳纤维；强伸性；体积密度

中图分类号：TS102.4　　**文献标识码**：B　　**文章编号**：1673－0356(2016)09－0028－03

碳纤维是一种含碳量在 90%以上的高强度、高模量纤维[1]。由于碳纤维主要是由碳元素组成，因此它不燃烧、化学性能稳定、耐腐蚀，是新型耐高温阻燃织物加工中常用的一种高性能纤维。如美国杜邦公司开发的 Nomex®Ⅲ A 型耐高温阻燃织物，其主要是由聚间苯二甲酰间苯二胺纤维(Nomex)、聚对苯二甲酰对苯二胺纤维(Kevlar)和碳纤维混纺制成[2]。碳纤维作为一种新型的高性能纤维材料，国内外重点关注的是对其生产线的改进创新，以获得更高品质、性能的纤维，而对碳纤维的质量评价研究比较少。本文基于灰色优势分析理论，利用实验室测试数据结果，通过对以强度和断裂伸长为碳纤维质量显著特征的影响因素进行分析，为企业生产中碳纤维质量分析和控制提供参考。

1　试验部分

1.1　材料和仪器

本试验所用的碳纤维材料分别为日本东丽的 6k 碳纤维、日本东邦的 6k 碳纤维和美国阿莫科的 6k 碳纤维。正庚烷(分析纯)、二溴乙烷(分析纯)、丙酮(分析纯)。

试验仪器：Y802N 恒温烘箱，EL204 电子天平，DCAT 21 表面/界面张力仪，XQ-1A 型纤维强伸度仪，DZG-6050D 型真空干燥箱，CU-6 纤维细度仪，婆美氏比重计，镊子，直尺。

1.2　测试方法

1.2.1　线密度

碳纤维线密度按照 GB/T 3362－2005《碳纤维复丝拉伸性能试验方法》中附录 C 中复丝线密度测定方法测定。

1.2.2　体积密度

碳纤维体积密度按照 GB/T 3362－2005《碳纤维复丝拉伸性能试验方法》中附录 C 中的浮沉法测定。

1.2.3　纵向润湿接触角

本试验采用 Wilhelmy 法通过微量电子天平测量纤维浸入液体的过程中产生的润湿力，然后根据力平衡公式推算出动态接触角，纵向润湿测量装置的原理如图 1 所示。

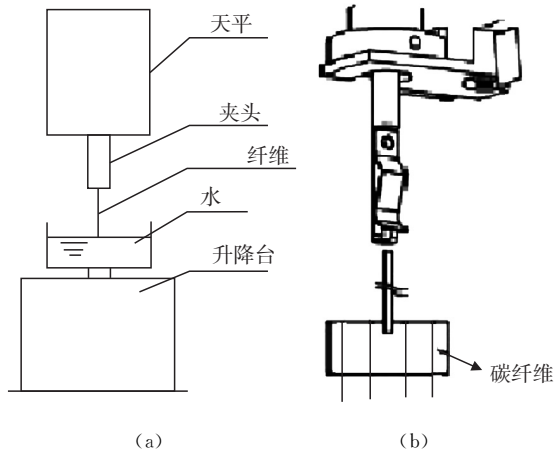

图 1　单纤维测试原理图

仪器通过可上下升降器使纤维与液体接触与分离，通过电子微量天平测量纤维的受力，借助图形输出

收稿日期：2016-07-31
基金项目：国家质检总局科技计划项目(2012IK112，2015IK153，2015IK154)
作者简介：殷祥刚(1974-)，汉族，山东泰安人，高级工程师，工学博士，研究方向为纺织测试分析技术、技术标准法规、数据挖掘分析等，E-mail：xgyin2006@126.com。

器得到纤维的受力曲线，并通过线性拟合得出润湿接触角，具体操作步骤如下：

(1)实验前将纤维材料放入真空干燥箱中 90 ℃干燥 2 h。

(2)将厚度为 1 mm 的硬纸板剪成 10×30 mm 大小的卡片，使 4 根碳纤维平行地固定在卡片纸上，纤维露出卡片的长度为 10 mm。

(3)将碳纤维用镊子捋平垂直地粘在仪器自配的夹头上，将粘好纤维的夹头竖直夹到天平的传感器上。

(4)通过 DCAT21 表面界面张力仪采用 Wilhelmy 法测试纵向接触角实验中，夹头的前进速度为 0.008 mm/s，后退速度采用 0.01 mm/s。

1.2.4 单丝强度和断裂伸长率

(1)将碳纤维材料放入烘箱中 50 ℃干燥 1 h，把干燥好的纤维材料放入恒温恒湿实验室调试 2 h。

(2)用镊子从预调好碳纤维中抽取用于测试的单纤维，将抽取出的单纤维整齐排放在水平白纸上，抽取实验用的根数要在 100 根以上。

(3)先将纤维一端垂直放入 XQ-1A 型纤维强伸度仪上夹头中，使纤维上下保持垂直，下端给单纤维加以适当预张力，并有下夹头夹紧，进行拉伸试验。本试验强度仪参数：夹持隔距 5 mm，拉伸速率 2 mm/min，预加张力 0.5 cN。

(4)测试的过程中，要避免纤维在夹持位置断裂，保证纤维在离夹头三分之一的位置断裂为成功试验。

2 试验数据和质量分析模型建立

2.1 测试结果

按照 1.2 测试方法分别测试东邦、东丽和阿莫科 3 家企业生产 6k 碳纤维的线密度、体积密度和纵向润湿接触角，以及碳纤维单丝的强度、断裂伸长率，结果见表 1。由于线密度、体积密度和接触角是碳纤维内在结构的表征指标，与单丝的强度及断裂伸长率间存在一定关系，按照灰色优势分析理论[3-4]，本文通过建立数学模型研究线密度、体积密度和接触角与强度及断裂伸长率间的关系，一方面可为对碳纤维质量提供分析模型，更重要的是通过模型分析，对影响碳纤维质量的重要参数进行分析，可为生产、研究和设计中优化工艺、参数等提供参考。

2.2 数据无量纲化处理

由于原数据中不同测试指标量纲的差异，造成分析计算的不便，所以要对所有数据进行无差别化处理。记每种碳纤维内在结构表征指标（X_1、X_2、X_3）构成要素组成因素序列 $X_i=(x_i(1),x_i(2),\cdots,x_i(k))(i=1,2,3;k=3)$，单纤维强伸性指标($Y_1$、$Y_2$) 构成特征序列 $Y_j=(y_j(1),y_j(2),\cdots,x_j(k))(j=1,2;k=3)$，本研究中利用均值化序列算子的生成来分析，其计算方法如下：

表 1 6 k 碳纤维性能指标测试结果

项 目	指标代号	碳纤维单丝(S1)	碳纤维单丝(S2)	碳纤维单丝(S3)
线密度/g·km^{-1}	X_1	402.4	412.8	402.6
体积密度/g·cm^{-3}	X_2	1.766 7	1.765 8	1.765 3
纵向润湿接触角/(°)	X_3	62.6	67.4	72.3
常温单丝强度/MPa	Y_1	2 824.20	2 536.33	2 777.45
常温单丝断裂伸长率/%	Y_2	3.26	3.07	3.04

$$x_i(k)'=\frac{x_i(k)}{\overline{X_i}} \tag{1}$$

$$\overline{X_i}=\frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n}x_i(k) \tag{2}$$

$$y_j(k)'=\frac{y_j(k)}{\overline{Y_j}} \tag{3}$$

$$\overline{Y_j}=\frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n}y_i(k) \tag{4}$$

根据公式(1) ～ (4)，对因素序列 X_i 和特征指标序列 Y_j 进行均值化处理，得

$$[X_i']=\begin{bmatrix}0.991\,3 & 1.000\,4 & 0.928\,3\\ 1.016\,9 & 0.999\,9 & 0.999\,5\\ 0.991\,8 & 0.999\,6 & 1.072\,2\end{bmatrix}$$

$$[Y_j']=\begin{bmatrix}1.041\,1 & 1.043\,8\\ 0.935\,0 & 0.982\,9\\ 1.023\,9 & 0.973\,3\end{bmatrix}$$

2.3 差序列 Δ_i

$$\Delta_i(k)=|\,y_j'(k)-x_i'(k)\,| \tag{5}$$

根据公式(5)，则各差序列矩阵为：

$$[\Delta_1]=\begin{bmatrix}0.049\,8 & 0.040\,7 & 0.112\,8\\ 0.081\,9 & 0.064\,9 & 0.064\,5\\ 0.032\,1 & 0.024\,2 & 0.048\,3\end{bmatrix}$$

$$[\Delta_2]=\begin{bmatrix}0.052\,5 & 0.043\,4 & 0.115\,5\\ 0.034\,0 & 0.017\,0 & 0.016\,6\\ 0.018\,5 & 0.026\,3 & 0.098\,9\end{bmatrix}$$

2.4 两级最大差 M_i 与最小差 m_i

$$M_i=\max_i\max_k\{\Delta_i(k)\} \tag{6}$$

$$m_i = \min_i \min_k \{\Delta_i(k)\} \tag{7}$$

则根据公式(6)、(7)计算得到的差序列矩阵的最大差值和最小差值分别为：

$M_1 = 0.112\ 8$；$m_1 = 0.024\ 2$

$M_5 = 0.115\ 5$；$m_5 = 0.016\ 6$

2.5　关联系数

第 i 个影响因素序列第 k 个数值与第 j 个特征序列第 k 个数值间的关联系数

$$\xi_{ij}(k) = \frac{m_j + \rho M_j}{\Delta_i(k) + \rho M_j} \tag{8}$$

分辨系数 ρ 取 0.5，则关联系数矩阵 $[r_{ik}(j)]$ 为

$$[r_{ki}(1)] = \begin{bmatrix} 0.76 & 0.83 & 0.48 \\ 0.58 & 0.66 & 0.67 \\ 0.91 & 1.00 & 0.77 \end{bmatrix}$$

$$[r_{ki}(2)] = \begin{bmatrix} 0.67 & 0.74 & 0.43 \\ 0.81 & 0.99 & 1.00 \\ 0.98 & 0.88 & 0.47 \end{bmatrix}$$

2.6　灰色关联度矩阵

根据关联系数矩阵，计算得到各因素序列分别与第 j 个特征序列间的关联度 R_j：

$$R_j = \frac{1}{3}\sum_{k=1}^{3} r_{ki}(j) \tag{9}$$

根据公式(9)计算得到的关联系数矩阵结果，得到 3 个影响因素与 2 个特征指标间的关联度矩阵 Γ。

$$\Gamma = \begin{bmatrix} 0.75 & 0.83 & 0.64 \\ 0.82 & 0.87 & 0.63 \end{bmatrix}$$

3　结果分析

根据灰色优势分析理论，在关联度矩阵 Γ 中，行向量表示碳纤维单丝结构性能指标(线密度、体积密度、纵向润湿接触角)的每项指标(因素序列)与对应的碳纤维强度、断裂伸长率(特征序列)间关联程度的高低，行向量中每一元素的值越大，则表示该序列对应的碳纤维单丝强伸性质量指标的影响越大；关联度矩阵 Γ 中列向量表示碳纤维同一结构性能指标对不同强伸性质量指标的影响程度高低，列向量中的值越大，则表示该结构性能指标对相应的碳纤维单丝强伸性质量指标的影响越大。根据以上分析，本课题研究的碳纤维结构性能指标与碳纤维单丝强伸性质量指标间的关联度结果见表 2。

表 2　碳纤维单丝结构性能指标与强伸性质量指标关联度

X_i	Y_j	
	强度(Y_1)	断裂伸长率(Y_2)
线密度(X_1)	0.75	0.82
体积密度(X_2)	0.83	0.87
润湿接触角(X_3)	0.64	0.63

从表 2 可看出，对碳纤维单丝强度和断裂伸长性能影响最大的因素是碳纤维的体积密度，这与理论分析及实际情况完全一致，说明对碳纤维强伸性质量最关键的是控制好纤维的体积密度。而体积密度与碳纤维所选原料、生产流程、工艺参数及温度等有密切关系，润湿接触角只是碳纤维表面性能的量化指标，对碳纤维强度和断裂伸长率的影响不显著，因此其关联度也最小。

4　结论

(1)按照灰色优势分析理论，建立了研究线密度、体积密度和接触角与强度及断裂伸长率关系的碳纤维质量分析数学模型；利用此模型一方面可对碳纤维质量提供分析模型，同时更重要的是通过模型对影响碳纤维质量的重要参数进行分析，可为生产和设计中优化工艺参数提供帮助。

(2)对碳纤维单丝强度和断裂伸长性能影响最大的因素是碳纤维的体积密度，这与理论分析及实际情况完全一致；说明对碳纤维强伸性质量最关键的是控制好纤维的体积密度，而体积密度与碳纤维所选原料、生产流程、工艺参数及温度等有密切关系。

参考文献：

[1]　韦东远. 关于高性能碳纤维发展及应用的思考[J]. 科技观察，2010，(10)：60－62.

[2]　张建春，赵艳志. 耐高温阻燃防护织物 Nomex®ⅢA 及其性能测试研究[J]. 中国劳动防护用品，2000，(4)：33－36.

[3]　吴广峰，陈东生，赵书经. 原丝性能对碳纤维强度影响的灰色关联分析[J]. 纺织高校基础科学学报，1997，10(2)：149－152.

[4]　殷祥刚，葛薇薇，陶　波，等. 生丝回潮率智能化快速测试系统数学模型研究[J]. 中国测试，2011，37(4)：5－8.

(下转第 33 页)

发丝要细好几倍，而柞蚕丝的直径在 21～30 μm，跟头发差不多粗或略细一点。

2　选购建议

消费者选购时一定要注意查看产品标注是否齐全、准确，如产品名称、厂名厂址、产品执行标准及代号、规格型号、纤维成分、洗涤方式等是否齐全规范。一般桑蚕丝被都要求标明填充物及丝绵长度，如规范的产品通常标为“100％桑蚕丝长丝绵”、“100％桑蚕丝中长丝绵”等，而不规范的产品可能只标注“100％柞蚕丝”、“100％蚕丝”、“纯天然蚕丝”等字样，如“100％蚕丝”这种产品可能含有柞蚕丝，不是纯桑蚕丝。其次，消费者购买蚕丝被之前，要充分了解蚕丝被价格，如果商家给出的价格过低，有的甚至打出桑蚕丝净重 1.5 kg 的蚕丝被 200 元的价格，那么这种产品可以基本断定是假冒伪劣产品，因为目前桑蚕丝净重 0.5 kg 的成本价在 150～200 元。所以建议消费者选购之前，多看一些关于蚕丝被的资料，增加了解，掌握基本分类及平均市场价信息，切勿贪小便宜，上当受骗。

参考文献：

[1]　李　莹，高晓红，顾　虎，等.蚕丝被产品质量状况分析[J].质量标准，2015，(12)：111－113.

[2]　国家蚕丝被新标准助消费者买到优质丝棉被[EB/OL].http://www.chinagb.org/Article-73157.html，(2010-8-25).

[3]　GB/T 24252－2009，蚕丝被[S].

Quality Evaluation Methods and Purchase Suggestions for Silk Quilt

SHEN Jin-yu[1]，SUN Jie[1]，ZHOU Dong-cai[2]

(1.National Textiles and Garment Quality Supervision Inspection Center (Zhejiang Tongxiang)，Tongxiang 314500，China；
2.Tongxiang Measuring and Testing Institute，Tongxiang 314500，China)

Abstract：Based on the production and consumption status of silk quilt in China，the quality evaluation methods and indexes of silk quilt were detailed from the perspective of professional inspection agency. The methods of identifying true and false，good and bad silk quilt and purchase suggestions were introduced.

Key words：silk quilt；quality evaluation；purchase

(上接第 27 页)

Research on Quality Analysis Model of Strength and Elongation Influencing Factors for Flame Retardant Carbon Fiber

YIN Xiang-gang[1,3]，GUAN Xiao-wei[2]，YAN Hong-fei[3]，
SUN Hao-ming[1,3]，WEI Feng[1,3]，CHEN Lei[1,3]

(1.Textile Industrial Products Testing Center of Jiangsu
Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau，Wuxi 214174，China；
2.Wuxi Rongchuan Science and Technology Co. Ltd.，Wuxi 214021，China；
3.Wuxi Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau，Wuxi 214101，China)

Abstract：Based on the grey superiority analysis theory，the quality analysis model of the relationship between the density of carbon fiber，the volume density，the wetting contact angle and the strength properties of carbon fibers was established. According to the results of the quality analysis model，the association degree matrix was calculated. The results showed that the most critical factors influencing on carbon fiber tensile strength was the volume density of the carbon fiber，which was in agreement with the theoretical analysis and the actual processing situation.

Key words：grey superiority analysis；flame retardant；carbon fiber；strength and elongation；volume density