

碳纤维电阻率的评价表征

何凤梅¹ 李建平² 陈聪慧¹ 张正龙² 孙银洁¹

(1 航天材料及工艺研究所先进功能复合材料技术国防科技重点实验室,北京 100076)

(2 北京航天计量测试技术研究所,北京 100076)

文 摘 通过对 QJ3074—1998 中的测试原理和测试夹具的改进,提高了四探针法线材电阻率测试仪的测试精度并拓宽了测试范围,获得了试验验证。通过试样长度对测试结果的影响及试验条件对测试结果的影响等试验,系统评价表征了各种碳纤维的电阻率,为建立碳纤维电阻率测试方法标准奠定了重要的技术和数据基础。

关键词 碳纤维,电阻率,测试方法,评价方法

Evaluation and Characterization on Electric Resistivity of Carbon Fiber

He Fengmei¹ Li Jianping² Chen Conghui¹ Zhang Zhenglong² Sun Yinjie¹

(1 National Key Defense Laboratory of Advanced Functional Composite Materials Technology,

Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

(2 Beijing Aerospace Institute for Measuring and Testing, Beijing 100076)

Abstract By improving testing principle and testing tongs in QJ3074—1998, the testing accuracy of four probe method for electric resistivity of wire materials was raised and the testing scope was widened. Through the experiments of the effect of sample length and testing conditions on the testing results, the electric resistivity of various carbon fibers is characterized systematically and that laid an important technical foundation for establishing standard of the testing method of electric resistivity for carbon fibers.

Key words Carbon fiber, Electric resistivity, Testing method, Evaluating method

1 引言

碳纤维具有高比强度、高比模量、耐高温及导电等优异性能,在航天、航空、兵器、船舶、核等国防领域具有重要作用。

碳纤维的电阻率与其成分、石墨化程度、缺陷等相关,表现为半导体的特征,低温主要受杂质的控制,高温表现为电子导电^[1]的特性。其电阻率测试方法,在文献[2~5]中有报道,常用的测试方法为电压电流法和电桥法,前者分双探针法和四探针法,后者分单电桥法和双电桥法,四探针法和双电桥法均可以消除接触电阻和引线电阻的影响,适宜低电阻测试,GB/T 3048.2—94规定电阻小于 10 Ω 应采用四探针法或双电桥法。本文采用四探针法。

航天科工防御技术研究实验中心制订了 QJ3074—1998《碳纤维及其复合材料电阻率测试方法》,但该标准为定长测试模式,不能表征碳纤维电阻

率随长度变化,且未涉及试样状态(如带胶和未带胶),环境温度的影响等。本文对碳纤维的电阻率测试方法进行了研究,并对不同型号碳纤维进行了表征。

2 测试方法的改进

QJ3074—1998 的测试原理见图 1。

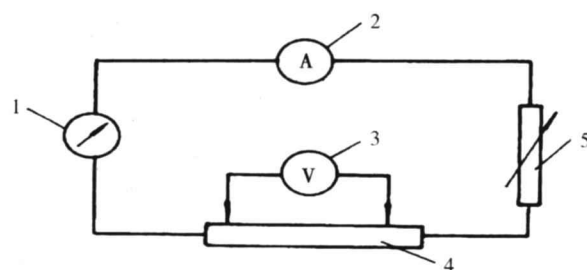


图 1 双探针法测试原理

Fig 1 Testing model of QJ3074—98

1—直流电源;2—电流表;3—电压表;4—试样;5—可变电阻。

四探针法测试原理见图 2,通过双掷开关 K_2 分别测试

收稿日期:2009-09-20;修回日期:2009-12-18

作者简介:何凤梅,1965 年出生,高级工程师,主要从事材料热物理性能研究。E-mail: fengmeihe@163.com

标准电阻和待测试样的电压降,可有效消除接触电阻和引线电阻,由公式 (1)计算得到试样的电阻值。

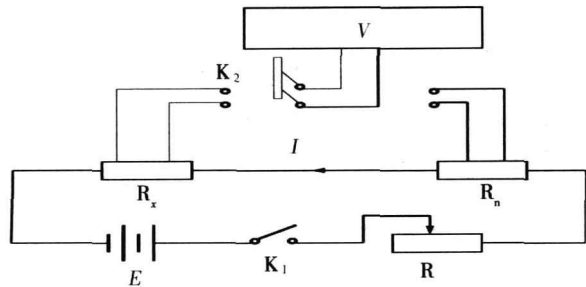


图 2 四探针法测试原理
Fig 2 Testing model of this paper

$$R_x = \frac{V_x}{V_n} R_n \tag{1}$$

双探针法采用电压电极和电流电极位置固定方案,两电压电极刀型端的距离定长为 100 mm,电流电极同时又是碳纤维固定夹具,见图 3。

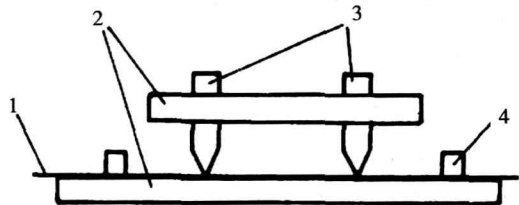


图 3 双探针法用夹具和电极
Fig 3 Tongs and electrodes of QJ3074—98
1—试样;2—绝缘夹板;3—电压电极;4—电流电极。

采用一端固定一端可移动的夹持测试方案,碳纤维平铺于硅橡胶板上,两夹具上的电压电极和电流电极通过适宜的尺寸设计和反螺纹运动实现可施压的上下移动,两夹具间刀型电压电极最短距离为 30 mm,最长距离为 280 mm(图 4)。选用市场上带数据输出接口的德国数显卡尺(300 mm),在 30~280 mm 可以自动测量任一长度的线电阻率和体积电阻率。

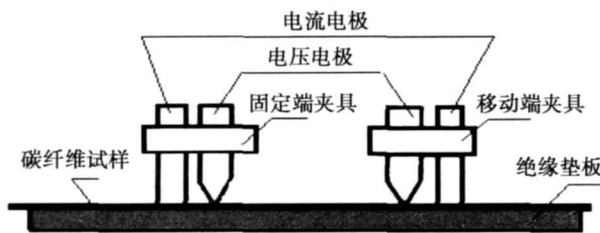


图 4 四探针法用夹具和电极
Fig 4 Tongs and electrodes of QJ3074—98

3 试样和测试仪器

选用的试样有:Φ0.6 mm×400 mm工业用紫铜丝;Φ0.1 mm×400 mm,纯度≥99.95%的钨丝;日本东丽公司碳纤维 T300 - 1K、T300 - 3K、M40JB - 3K、T700SC - 12K 和 T800HB - 12K;日本东帮碳纤维

UT500 - 12K;国产碳纤维 T300 - 1K和 T300 - 3K。

4 结果与讨论

4.1 测试结果的比对

测试了所有试样的线电阻率和体积电阻率,测试结果与文献[7~10]数据对比见表 1。表 1 中紫铜丝和钨丝的横截面积是实测值,其他碳纤维的横截面积是由东丽和东帮的产品手册中对应线密度和体积密度换算得到(与 GB/T3362—2005^[11]中计算方法相同)。由表 1 可见其最大偏差不超过 8%,特别是紫铜丝与 IACS 的纯铜数据相比小于 5%,由此可见四线法线材电阻率测试仪具有很高的测试精度和很宽的体积电阻率测试范围。表 1 中的体积电阻率已跨四个数量级,实际上体积电阻率更大的线材测量区的电阻≤2 000 Ω 均可以测试。

表 1 几种线材线电阻率和体积电阻率测试结果

试样	线电阻率 /Ω·cm ⁻¹	体积电阻率 /Ω·cm	比对数据 /Ω·cm	相对偏差 /%
紫铜丝	7.05×10 ⁻⁴	1.81×10 ⁻⁶	1.72×10 ⁻⁶	4.6
钨丝	8.04×10 ⁻²	6.12×10 ⁻⁶	6.01×10 ⁻⁶	1.8
T300 - 1K	4.50	1.68×10 ⁻³	1.70×10 ⁻³	-0.6
T300 - 3K	1.62	1.83×10 ⁻³	1.70×10 ⁻³	7.6
M40JB - 3K	1.67	1.07×10 ⁻³	1.00×10 ⁻³	7.0
T700SC - 12K	0.373	1.66×10 ⁻³	1.60×10 ⁻³	3.8
T800HB - 12K	0.575	1.41×10 ⁻³	1.40×10 ⁻³	0.7
UT500 - 12K	0.339	1.11×10 ⁻³	-	-

4.2 试样长度对测试结果的影响

对上述所列举的试样和国产 T300 - 3K分别测试了沿长度方向上的体积电阻率(图 5)。由图 5 可见,被测试样的电阻率变化幅度≤2%,其中还包括非均匀截面的影响,因此可以说明所评价的几种碳纤维均具有良好的材质均匀性。

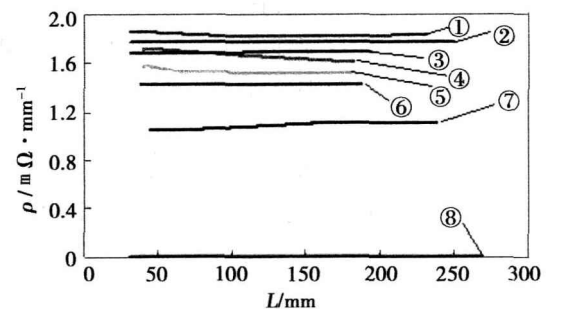


图 5 电阻率与试样测量区长度的关系

Fig 5 Relationship of electric resistivity and measuring length
①—T300 - 3K; ②—国产 T300 - 3K; ③—T300 - 1K; ④—T700SC - 12K; ⑤—UT500 - 12K; ⑥—T800HB - 12K; ⑦—M40JB - 12K; ⑧—钨丝。

4.3 实验条件对测试结果的影响

4.3.1 环境温度

分别对紫铜丝、钨丝、东丽和国产 T300 - 3K进行了 29和 23℃的电阻率测试 ,结果见表 2。

表 2 不同环境温度的体积电阻率测试结果

Tab. 2 Measurement of electric resistivity in different room temperature

试样	22℃体积电阻率 /Ω·cm	29℃体积电阻率 /Ω·cm	相对偏差 /%
紫铜丝	1.81 ×10 ⁻⁶	1.99 ×10 ⁻⁶	9.47
钨丝	6.12 ×10 ⁻⁶	6.42 ×10 ⁻⁶	4.78
国产 T300 - 3K	1.76 ×10 ⁻³	1.73 ×10 ⁻³	- 1.72
东丽 T300 - 3K	1.83 ×10 ⁻³	1.82 ×10 ⁻³	- 0.55

由表 2可见 ,金属导体 ,特别是紫铜受温度的影响更明显 ,随温度升高体积电阻率增大 ;碳纤维随温度变化不明显 ,且随温度的升高体积电阻率呈下降趋势 ,这是因为碳的电阻温度系数和线胀系数在测试温度区间均为负值。

如果是工程应用例行试验可以认为表 2的试验结果在测试误差范围内 ,但如果需要进行计量标准试验时 ,则要考虑电阻温度系数和线胀系数的影响 ,必要时按公式 (2)进行修正 ,并且需要配置精确测控温与恒温设施 ,控温精度应不大于 ±0.1℃。

$$\rho_{20} = \frac{\rho_t}{1 + (\alpha_{20} + \gamma) (T - 20)} \tag{2}$$

式中 :ρ₂₀和 ρ_t 分别为 20℃和实测温度的电阻率 ,α₂₀为 20℃的电阻温度系数 ,γ为线胀系数。

4.3.2 表面除胶

用丙酮 (分析纯)和索式提取器对东丽 T300 - 1K、T300 - 3K、300 - 6K进行了 3 h表面除胶处理 ,之后在 110℃的烘箱中恒温 1 h,取出置于干燥器中自然冷却至室温。分别对除胶前后的碳纤维进行电阻率测试 ,结果见表 3。依据理论分析碳纤维除胶后 ,电阻率应明显下降 ,表 3中的实际结果却无明显变化 ,在试样本身的离散性和测试误差范围内 ,其原因为除胶后的碳纤维存在起毛和断丝现象 ,造成局部电阻短路影响了测试结果。

表 3 除胶前后的影响

Tab. 3 Influence of agglutinant taking off

碳纤维 牌号	除胶前体积电阻率 /mΩ·cm	除胶后体积电阻率 /mΩ·cm	相对偏差 /%
T300 - 1K	1.68	1.71	1.8
T300 - 3K	1.83	1.82	- 0.5
T300 - 6K	1.87	1.84	- 1.6

4.3.3 干燥前后的变化

将日本东丽 T300 - 1K、T300 - 3K、300 - 6K除胶与未除胶的碳纤维置于 110℃的烘箱中恒温 2 h进行干燥处理 ,分别测试干燥前后的体积电阻率 (表 4)。由表 4

可见 ,干燥前后碳纤维的体积电阻率无明显变化。

表 4 干燥前后的影响

Tab. 4 Influence of dryness on electric resistivity

碳纤维 状态	干燥前体积电阻率 /mΩ·mm	干燥后体积电阻率 /mΩ·mm	相对偏差 /%
T300 - 1K (除胶)	1.71	1.74	1.8
T300 - 3K (除胶)	1.82	1.87	2.7
T300 - 6K (除胶)	1.84	1.78	- 3.3
T300 - 1K (未除胶)	1.68	1.69	0.6
T300 - 3K (未除胶)	1.83	1.85	1.6
T300 - 6K (未除胶)	1.87	1.82	- 2.7

5 结论

(1)通过对 QJ3074—98中的测试原理和测试夹具的改进 ,所研制的四探针法线材电阻率测试仪实现了更高的测试精度和更宽的测试范围 ,并可适用于紫铜线材的电阻率测试。当存在试样非均匀截面时 ,其总的测试误差 >8%。

(2)碳纤维的电阻率在测试的长度范围内无明显变化。

(3)环境温度对金属导体的电阻率影响更显著 ,碳纤维的影响相比明显减弱。如果是工程应用例行试验 ,可直接用本测试仪器进行电阻率测试 ;如果是计量标准试验 ,需要考虑环境温度的影响 ,并进行电阻温度系数和线胀系数的修正 ,特别是金属良导体 ,更需要考虑环境温度的影响。

(4)碳纤维的除胶与干燥处理 ,对其电阻率测试结果无明显影响。

参考文献

1 Cedric Sauder, Jacques Lamon et al Thermomechanical properties of carbon fibers at high temperatures (up to 2 000℃). Composites Science and Technology, 2002; 62: 499~504

2 刘松茂. QJ3074《碳纤维及其复合材料电阻率测试方法》的特点. 航天标准化, 1993; (3): 17~18

3 刘新福,孙以材,刘东升. 四探针技术测量薄层电阻的原理及应用. 半导体技术, 2004; 29 (7): 48~52

4 李华昌. 碳纤维及其复合材料电阻率测试方法. 宇航材料工艺, 1996; 26 (6): 44~48

5 杨东,谭延良,朱爱国. 用直流双电桥测量特小电阻的方法研究. 电气应用, 2007; 26 (5): 92~96

6 www. torayusa. com. T300J Data Sheet Technical Data Sheet No. CFA - 002

7 www. torayusa. com. T700S Data Sheet Technical Data Sheet No. CFA - 005

8 www. torayusa. com. T800H Data Sheet Technical Data Sheet No. CFA - 007

9 www. torayusa. com. M40J Data Sheet Technical Data Sheet No. CFA - 014

10 国家标准局. GB /T3362—2005,碳纤维复丝拉伸性能试验方法

(编辑 吴坚)