



中华人民共和国国家标准

GB/T 42542—2023/ISO 22836:2020

纤维增强复合材料 密封压力容器 加速吸湿及过饱和状态调节方法

Fibre-reinforced composites—Method for accelerated moisture
absorption and supersaturated conditioning by moisture using
sealed pressure vessel

(ISO 22836:2020, IDT)

2023-05-23 发布

2023-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

qejc.cn, jcvba.cn, 微信qejc21

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 仪器设备	2
6 试验步骤	4
7 精密度	5
8 试验报告	5
附录 A (资料性) 吸湿过饱和状态调节下 CFRP 和 CFRTP 试样的示例	6
参考文献	9

qejc.cn, jcvba.cn, 微信qejc21

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用 ISO 22836:2020《纤维增强复合材料 密封压力容器加速吸湿及过饱和状态调节方法》。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

- a) 增加了标引序号 6, 标引序号 X 用 7 表示(见图 1)；
- b) 更改了压力表量程范围的示例(见 5.3)；
- c) 增加了烘箱温度设定的说明(见 6.2)；
- d) 增加了试样称量时间的说明(见 6.4)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国纤维增强塑料标准化技术委员会(SAC/TC 39)归口。

本文件起草单位：北京玻璃钢研究设计院有限公司、中国科学院理化技术研究所、新创碳谷控股有限公司、北京玻璃钢检测中心有限公司、巨石集团有限公司、中国航发北京航空材料研究院。

本文件主要起草人：王占东、杨德旭、渠成兵、崔峰波、谈源、陈新文、杨节标、叶凤林、邓立伟、谈昆伦、肖红梅。

qejc.cn, jcvba.cn, 微信qejc21

纤维增强复合材料 密封压力容器 加速吸湿及过饱和状态调节方法

1 范围

本文件规定了用密封压力容器在 100 °C 以上加热温度和饱和水蒸气压力条件下对纤维增强复合材料加速吸湿及过饱和状态调节的方法。

本吸湿方法的目的是通过力学性能或热性能筛选材料。

本文件适用于玻璃化转变温度(T_g)大于 150 °C 的纤维增强复合材料,包括碳纤维增强热固性复合材料(CFRP)、碳纤维增强热塑性复合材料(CFRTP)和玻璃纤维增强复合材料等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 472 塑料 术语(Plastics—Vocabulary)

注: GB/T 2035—2008 塑料术语及其定义(ISO 472:1999, IDT)

3 术语和定义

ISO 472 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 维护的用于标准化的术语数据库地址如下:

——ISO 在线浏览平台:<https://www.iso.org/obp>;

——IEC 电子开放平台:<http://www.electropedia.org/>。

3.1

附加吸湿率 additional moisture content

试验材料额外增加的吸湿质量与初始试验材料质量的百分比。

注: 见公式(1)。

3.2

初始吸湿率 initial moisture content

吸湿试验开始时试验材料的吸湿质量百分比。

注: 见公式(3)。

3.3

吸湿过饱和状态调节 supersaturated conditioning by moisture

试验材料从较高温度和较高湿度的吸湿饱和状态(如较高温度和饱和水蒸气压力)冷却至室温的调节过程。

3.4

加速吸湿 accelerated moisture absorption

为在较短时间内获得饱和和吸湿率(3.5),在较高温度(如 120 °C)和较高吸湿压力(如 0.2 MPa)的特

定条件下吸湿。

3.5

饱和吸湿率 saturated moisture content

在试验材料从较高温度(如 120 °C)冷却至较低温度(室温)的吸湿过饱和状态调节下获得的吸湿率。

4 原理

为在较短时间内使试验材料获取与在室温下几乎相似的吸湿饱和状态,将试验材料置于较高温度和较高湿度的条件下[如温度 120 °C、不含空气(氧气)的饱和水蒸气压力 0.2 MPa]吸湿。

温度越高,水分子在材料内部的扩散速率越快;水蒸气压力越高,材料表面从外部吸收水分子的频率越高。因此,在较短时间内能获取材料的吸湿饱和(或平衡)状态。然而,如果将这种吸湿饱和的材料冷却至室温,由于水分子在材料内部的扩散速率慢,在材料表面的释放速率慢,这种材料会处于吸湿过饱和状态。

通过这种方式可获取热固性和热塑性复合材料的吸湿过饱和状态。本方法不会导致试验材料的降解。在重复吸湿和脱湿(干燥)的过程中,宜监测力学性能的稳定性的。

此外,该状态调节是对真实条件的模拟,以获得室温下的饱和吸湿率。本试验方法的主要目的是在研发过程中筛选最佳材料。

5 仪器设备

5.1 烘箱

烘箱能将试样或连接压力表和管路的密封压力容器加热至 200 °C,并带有控温系统,温度控制精度为 ± 1 °C。

为控制烘箱内部温度均匀,宜采用空气循环加热系统。

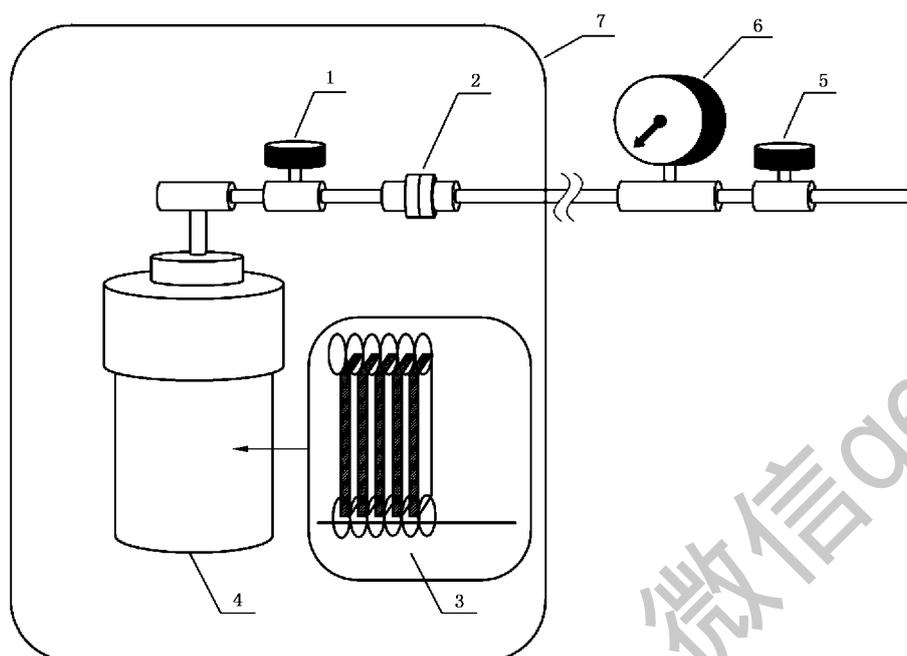
若在温度 120 °C和饱和水蒸气压力 0.2 MPa 的条件下,可使用高压釜(5.5)代替烘箱和密封压力容器。

5.2 密封压力容器

密封压力容器能加压至 2.0 MPa,并与压力表和管路连接,如图 1 所示。

密封压力容器大小取决于待测试样的尺寸和数量。对于 10 个尺寸为 10.0 mm \times 100.0 mm \times 2.0 mm 的试样,需要用一个 300 mL 的不锈钢容器(压力罐)。

使用支撑架将试样完全浸入水蒸气中,同时避免试样表面相互接触,并尽量减少试样与支撑架的接触。



标引序号说明:

- 1——阀门 A;
- 2——连接器;
- 3——水;
- 4——密封压力容器;
- 5——阀门 B;
- 6——压力表;
- 7——烘箱。

图 1 获取 CFRP 或 CFRTP 吸湿过饱和状态的装置

5.3 压力表

压力表用于指示密封压力容器内的压力(如 0~2.0 MPa),分辨力为 0.05 MPa。

5.4 安全阀(爆破片)

安全阀(爆破片)的工作压力为 3.5 MPa,安装在管路或压力表上,以防止压力过高。

5.5 高压釜

高压釜能在 105 °C~135 °C 的饱和水蒸气压力下加热。

从室温加热至 120 °C 期间,排气系统能在温度达 100 °C 时排出高压釜内部空气。

注: 高压釜在生物和医疗工业领域被称为“高压灭菌器”。该高压灭菌器与化学工业领域的不锈钢密封压力容器(5.2)不同。

5.6 真空烘箱

真空烘箱能减压加热至 200 °C,温度控制精度为 ±1 °C。

5.7 天平

天平能称量试样,分辨力应不低于 0.1 mg。

6 试验步骤

6.1 试样称量

用天平(5.7)称量单个试样。称量前,试样宜在 23 °C 和 50% RH 条件下状态调节 24 h。试样在吸湿前不应干燥,以避免任何降解。

6.2 吸湿过饱和状态获取

用支撑架将试样放置在密封压力容器内,试样表面之间、试样与密封压力容器之间不会相互接触,吸湿时能完全浸入水蒸气中。

将去离子水倒入密封压力容器(如 300 mL 密封压力容器倒入 10 mL~20 mL 去离子水)。

将密封压力容器密封并放置在烘箱内,如图 1 所示。打开阀门 A 和阀门 B。

将烘箱温度设定在 100 °C 以上,如 120 °C。升温至约 100 °C 时,在阀门 B 处释放水蒸气一小段时间(如 1 min~2 min),以排出内部空气。然后关闭阀门 B。在设定温度下,通过压力表确认密封压力容器内部水蒸气压力。

注:结合试验材料 T_g 、制备工艺温度设定合适的烘箱温度。

继续加热一段确定的时间,如 72 h。

6.3 吸湿过饱和状态试验材料取样

如果烘箱内只有一个密封压力容器,则停止加热,将密封压力容器冷却至室温。从密封压力容器中取出试样。

如果从烘箱内多个密封压力容器中取出一个,则关闭阀门 A 并断开连接器。将密封压力容器从烘箱内取出后,冷却至室温。打开阀门 A。从密封压力容器中取出试样。

本试验方法宜使用高压釜(5.5)代替密封压力容器和烘箱。使用高压釜时,应遵循操作手册。

6.4 吸湿饱和确认

称量吸湿试样。然后重复试验步骤 6.2(若需要继续吸湿,确定吸湿时间,如 24 h)和 6.3。重复称量吸湿试样。

注:为减少试样在空气中挥发性的影响,尽量缩短称量时间。

按公式(1)计算附加吸湿率(两种试验材料实测数据的示例信息见附录 A)。至少测定三个吸湿试样,取平均值。

$$W_{ad} = \frac{M_n - M_i}{M_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W_{ad} ——吸湿饱和时试样的附加吸湿率,%;

M_n ——吸湿饱和时试样的质量,按公式(2)确认,单位为克(g);

M_i ——吸湿试验开始时试样的质量,单位为克(g)。

按公式(2)确认吸湿饱和,记录吸湿饱和时试样的质量,用于计算饱和吸湿率。

$$|W_{n+1} - W_n| < 0.05\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

W_{n+1} ——第 $n+1$ 个测试点处试样的附加吸湿率,%;

W_n ——第 n 个测试点处试样的附加吸湿率,%。

绘制试样质量与时间的关系图,当试样达到吸湿饱和时,其质量达到最大值,且不随吸湿时间的延

长而增加(示例见图 A.1)。

将吸湿试样放入真空烘箱,在 100 °C 以上温度减压干燥一段确定的时间,直至质量恒定。按公式(3)计算饱和吸湿率。至少测定三个吸湿试样,取平均值。

$$W_s = \frac{M_n - M_d}{M_d} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

W_s —— 吸湿饱和时试样的吸湿率, %;

M_n —— 吸湿饱和时试样的质量,按公式(2)确认,单位为克(g);

M_d —— 干燥过程后(如 100 °C 减压干燥 72 h)试样的质量,单位为克(g)。

6.5 力学性能或热性能测试

为确认试样无降解、额外固化或结晶,应在本文件规定的吸湿试验之前(给出初始吸湿率)和吸湿试验之后,分别对经减压干燥至质量恒定的试样进行力学性能和热性能测试。

通常在室温或设定温度下,测试吸湿过饱和状态调节下试样所需要考查的力学性能或热性能。

7 精密度

由于在本文件发布时没有实验室间的数据,因此本试验方法的精密度未知。

8 试验报告

试验报告应至少包含以下内容:

- a) 本文件名称和编号;
- b) 试样的完整标识;
- c) 吸湿条件,如加热温度、水蒸气压力和加热时间;
- d) 干燥条件,如加热温度、压力和干燥时间;
- e) 吸湿试验开始时、吸湿饱和时和干燥过程后试样的质量;
- f) 吸湿试验结束后,试样的附加吸湿率和吸湿率;
- g) 试样从吸湿试验结束到性能测试前的存放时间;
- h) 试验日期。

附录 A

(资料性)

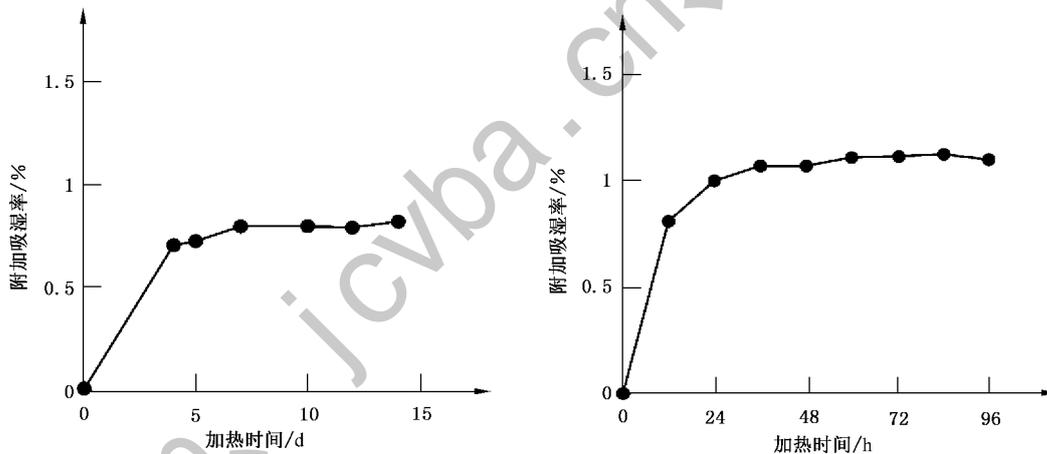
吸湿过饱和状态调节下 CFRP 和 CFRTTP 试样的示例

A.1 CFRP 试样

CFRP 试验板由环氧树脂和碳纤维(碳纤维直径为 $2\ \mu\text{m}$, 质量分数为 72%)组成, 铺层数为 8 层, 铺层方向分别为 $+45^\circ$ 、 90° 、 -45° 、 0° 、 0° 、 -45° 、 90° 和 $+45^\circ$, 在 $180\ \text{℃}$ 、 $0.7\ \text{MPa}$ 和 2 h 的工艺条件下制备, 厚度为 1.5 mm。将 CFRP 试验板切割成尺寸为 $100\ \text{mm}\times 15\ \text{mm}\times 1.5\ \text{mm}$ 的 CFRP 试样, 用于测定吸湿性能和弯曲强度。

A.2 吸湿过饱和状态调节下 CFRP 试样的吸湿率和弯曲强度

CFRP 试样的吸湿率取决于用高压釜在 $105\ \text{℃}$ 和 $120\ \text{℃}$ 吸湿饱和状态调节下的加热时间, 如图 A.1 所示。在连续加热的不同时间内, 选取不同的 CFRP 试样进行湿态质量测量, 以避免质量测量时高温和室温之间的热循环。在 $105\ \text{℃}$ 和 $120\ \text{℃}$ 下分别吸湿 14 d 和 60 h, 确认 CFRP 试样已达到吸湿饱和, 此时的附加吸湿率分别为 0.80% 和 1.14%, 如表 A.1 所示。

图 A.1 CFRP 试样在 $105\ \text{℃}$ 和 $120\ \text{℃}$ 下的附加吸湿率

如图 A.2 所示, CFRP 试样经历第一次吸湿饱和与干燥循环后的吸湿率仅比第二次和第三次循环后的吸湿率略低 0.1%。这证实了 CFRP 试样的吸湿率在三次吸湿饱和与干燥循环过程中没有变化。

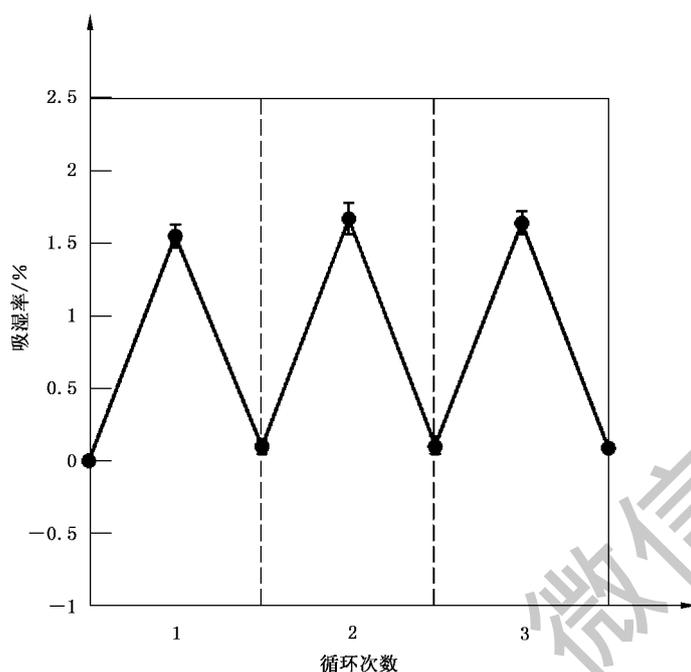


图 A.2 干燥的 CFRP 试样在 120 °C 吸湿 72 h 和 100 °C 减压干燥 72 h 循环条件下的吸湿率

如图 A.3 所示,每次循环后干燥的 CFRP 试样弯曲强度几乎相同。因此,三次循环后未检测到 CFRP 的降解。由于在弯曲试验过程中 CFRP 试样的载荷-挠度曲线几乎相同,所以其他值(如模量)也几乎相同。未经处理、吸湿过饱和状态调节和干燥条件下 CFRP 试样的附加吸湿率、吸湿率和弯曲强度见表 A.1。

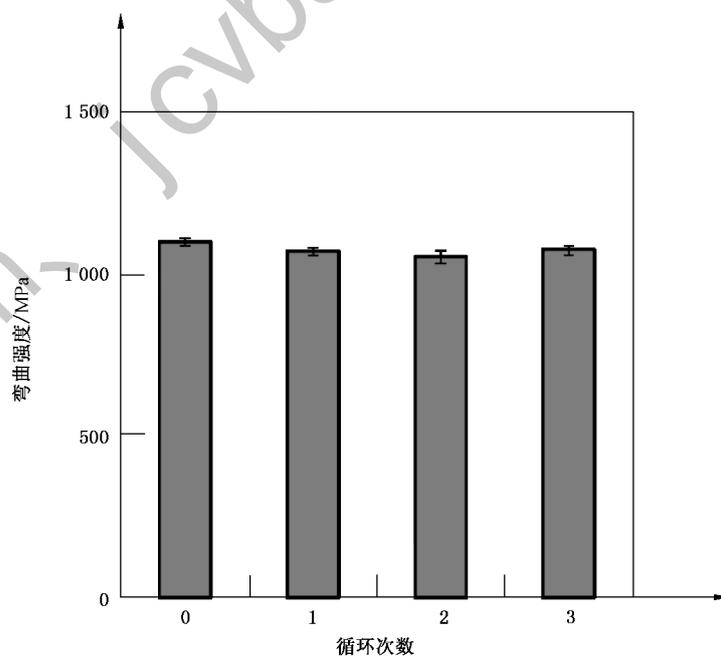


图 A.3 干燥的 CFRP 试样在 120 °C 吸湿 72 h 和 100 °C 减压干燥 72 h 循环条件下的弯曲强度

表 A.1 未经处理、吸湿过饱和和状态调节和干燥条件下 CFRP 试样的附加吸湿率、吸湿率和弯曲强度

条件	附加吸湿率	吸湿率	弯曲强度 MPa
未经处理的 CFRP 试样	—	0.37%	1 162±8
CFRP 试样在 105 °C 吸湿过饱和和状态调节下 14 d	0.80%	1.40%	1 066±3
CFRP 试样在 120 °C 吸湿过饱和和状态调节下 3 d	1.14%	1.51%	1 049±24
CFRP 试样在 85 °C 和 85% RH 条件下吸湿 96 d	0.71%	1.01%	1 400±7
干燥的 CFRP 试样	—	0	1 299±25

A.3 CFRTP 试样

CFRTP 试验板(350 mm×350 mm,厚度 2 mm)由 8 层碳纤维平纹织物增强聚己内酰胺预浸料制成。将 CFRTP 试验板切割成尺寸为 100 mm×15 mm×2 mm 的 CFRTP 试样,用于测定吸湿性能和弯曲强度。

未经处理、吸湿过饱和和状态调节和干燥条件下 CFRTP 试样的附加吸湿率、吸湿率和弯曲强度见表 A.2。

表 A.2 未经处理、吸湿过饱和和状态调节和干燥条件下 CFRTP 试样的附加吸湿率、吸湿率和弯曲强度

条件	附加吸湿率	吸湿率	弯曲强度 MPa
未经处理的 CFRTP 试样	—	0.91%	534±5
CFRTP 试样在 105 °C 吸湿过饱和和状态调节下 14 d	1.13%	1.97%	801±23
CFRTP 试样在 120 °C 吸湿过饱和和状态调节下 3 d	1.21%	2.16%	791±42
CFRTP 试样在 85 °C 和 85% RH 条件下吸湿 96 d	0.80%	1.74%	781±13
干燥的 CFRTP 试样	—	0	811±73

参 考 文 献

- [1] ASTM D5229/D 5229M, Standard Test method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials
- [2] Kunioka M. et al., Quick Preparation of Moisture-Saturated Carbon Fiber-Reinforced Plastics and Their Accelerated Ageing Tests Using Heat and Moisture. *Polymers*. 2016, 8, 242. (Open access: <https://www.mdpi.com/2073-4360/8/6/242>)
-

qejc.cn, jcvba.cn, 微信qejc21