

T/CWDPA

团 体 标 准

T/CWDPA XXX—XXXX

玻璃纤维布/树脂界面粘结性能评价方法 微滴包埋法

Evaluation method for the interfacial bonding performance of glass fiber fabric/resin
- Micro-droplet embedding method

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国西部开发促进会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试验设备 2

 5.1 微力学试验机 2

 5.2 微滴夹持装置 2

 5.3 光学观测与测量系统 2

 5.4 试样制备装置 2

 5.5 环境调节装置 2

6 试样 2

 6.1 纤维单丝制备 2

 6.2 树脂微滴制备 2

 6.3 固化与定型 2

 6.4 试样数量 3

 6.5 试样有效性 3

7 试验步骤 3

 7.1 环境调节 3

 7.2 试样安装 3

 7.3 几何参数测量 3

 7.4 加载试验 3

 7.5 试验有效性判定 3

8 结果计算与表示 3

 8.1 单个试样界面剪切强度 3

 8.2 统计值计算 4

 8.3 异常值处理 4

 8.4 结果表示 4

9 精密度 4

 9.1 重复性 4

 9.2 再现性 4

10 试验报告 4

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。

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XXXXX提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

玻璃纤维布/树脂界面粘结性能评价方法 微滴包埋法

1 范围

文件规定了采用微滴包埋法测定玻璃纤维布用玻璃纤维与树脂界面粘结性能的试验方法,包含术语和定义、原理、试验设备、试样制备、试验步骤、结果计算与表示、精密度及试验报告。

本文件适用于玻璃纤维布用无碱、中碱等玻璃纤维单丝与热固性树脂(环氧树脂、乙烯基酯树脂、不饱和聚酯树脂等)、热塑性树脂(聚丙烯、聚碳酸酯等)之间界面剪切强度的测定,用以定量评价玻璃纤维与树脂的界面粘结性能。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

界面剪切强度 interfacial shear strength

纤维与树脂界面处单位面积所能承受的最大剪切应力,是评价界面粘结性能的核心指标,单位为兆帕(MPa)。

3.2

微滴包埋法 microdroplet embedding method

在单根纤维表面涂覆树脂微滴并固化/定型后,夹持树脂微滴并沿纤维轴向施加拉力,使纤维与树脂微滴发生界面脱粘,通过最大脱粘力计算界面剪切强度的试验方法,又称微滴脱粘法、微滴拉出法。

3.3

微滴包埋长度 embedded length of microdroplet

树脂微滴沿纤维轴向与纤维接触的有效长度,单位为微米(μm)。

3.4

最大脱粘力 maximum debonding force

纤维与树脂微滴界面发生完全脱粘瞬间对应的载荷峰值,单位为毫牛(mN)。

4 原理

从玻璃纤维布中分离出单根玻璃纤维,在其表面制备单个固化/定型的树脂微滴,形成微滴包埋试样。通过专用夹持装置固定树脂微滴,沿纤维轴向施加匀速拉伸载荷,使纤维与树脂微滴的界面发生剪切破坏并完全脱粘。记录脱粘过程的最大载荷峰值,结合纤维直径和微滴包埋长度,按式(1)计算界面平均剪切强度,以此定量评价玻璃纤维与树脂的界面粘结性能。

$$\tau = \frac{F_{\max}}{\pi \times d \times L} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- τ ——界面剪切强度，单位为兆帕（MPa）；
 $F_{\max}$ ——最大脱粘力，单位为毫牛（mN）；
 d ——玻璃纤维单丝的平均直径，单位为微米（ μm ）；
 L ——微滴包埋长度，单位为微米（ μm ）；
 π ——圆周率，取3.142。

5 试验设备

5.1 微力学试验机

- 5.1.1 应具备微力加载与位移精确控制能力，载荷传感器量程宜为 0mN~1000mN，测量精度不低于 0.1mN；位移分辨率不低于 0.1 μm 。
5.1.2 应具备载荷-位移数据实时采集与记录功能，采样频率不低于 10Hz。
5.1.3 应配备纤维专用夹具，可牢固夹持纤维单丝，夹持过程不损伤纤维表面。

5.2 微滴夹持装置

- 5.2.1 可采用刀片式或卡槽式结构，用于固定树脂微滴、传递剪切载荷。
5.2.2 夹持部件刃口宽度应小于微滴最大直径的 1/3，刃口平行度偏差不大于 2 μm 。
5.2.3 夹持装置可进行三维微调，保证微滴受力中心与纤维轴线重合。

5.3 光学观测与测量系统

- 5.3.1 应配备高倍光学显微镜或视频测量系统，放大倍数不小于 200 倍，长度测量分辨率不低于 1 μm 。
5.3.2 可实时观察试样加载过程中的界面脱粘行为，可测量纤维直径、微滴包埋长度等几何参数。

5.4 试样制备装置

- 5.4.1 纤维固定试样架：可固定单根纤维，保持纤维平直且张力可控。
5.4.2 树脂涂覆工具：直径 10 μm ~50 μm 的微针或细金属丝，用于定量涂覆树脂微滴。
5.4.3 恒温固化/加热装置：温度控制精度 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，满足热固性树脂固化、热塑性树脂熔融的工艺要求。

5.5 环境调节装置

可控制试验环境温度为 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度为 $50\% \pm 10\%$ 。

6 试样

6.1 纤维单丝制备

- 6.1.1 从待测玻璃纤维布中小心分离出单根连续玻璃纤维，分离过程避免弯折、摩擦损伤纤维表面及表面处理层。
6.1.2 将分离后的单根纤维两端固定于专用试样架上，保持纤维平直，施加微小预张力，确保纤维无松弛、无过度拉伸。
6.1.3 每根纤维上仅制备 1 个树脂微滴，微滴位于纤维中段，距离纤维两端夹持点不小于 5mm。

6.2 树脂微滴制备

- 6.2.1 热固性树脂按产品规定的配比混合均匀，经真空脱泡处理后使用；热塑性树脂加热至熔融状态，保温至粘度稳定后使用。
6.2.2 采用微针或细金属丝蘸取少量树脂，轻轻接触纤维中段，使树脂在纤维表面自然铺展形成单个微滴。
6.2.3 控制树脂用量，使微滴包埋长度为 30 μm ~150 μm ，微滴最大直径为 50 μm ~200 μm ，且微滴包埋长度与微滴最大直径的比值不小于 2。
6.2.4 微滴应形态规则，内部无气泡，无流挂、拉丝现象，纤维从微滴两端中心穿过。

6.3 固化与定型

- 6.3.1 热固性树脂微滴按照产品规定的固化工艺进行固化，固化过程中避免灰尘、震动等影响微滴形态。
- 6.3.2 热塑性树脂微滴在熔融状态下定型后，按规定速率冷却至室温，保持微滴形态稳定。
- 6.3.3 固化/定型后的试样应置于干燥器中保存，避免受潮、污染。

6.4 试样数量

每组试验的有效试样数量不应少于30个。

6.5 试样有效性

初判出现以下情况的试样为无效试样，应剔除：

- a) 纤维表面有明显损伤、弯折；
- b) 树脂微滴有气泡、开裂、形态严重不规则；
- c) 微滴位置偏离纤维中心，或纤维未从微滴中心穿过。

7 试验步骤

7.1 环境调节

试验应在温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $50\% \pm 10\%$ 的环境中进行。试样在试验环境中状态调节的时间不应少于2h。

7.2 试样安装

- 7.2.1 将带有试样的试样架安装于微力学试验机的加载端，纤维轴线与试验机加载方向保持一致，偏差不大于 2° 。
- 7.2.2 调整微滴夹持装置位置，使夹持部件对准树脂微滴，微滴两侧与夹持部件的间隙均匀，不接触纤维。
- 7.2.3 对纤维施加微小预张力，预张力不超过纤维断裂强力的1%，消除纤维松弛。

7.3 几何参数测量

- 7.3.1 采用光学测量系统，在树脂微滴两侧分别测量纤维直径，每侧测量3次，取平均值作为该试样的纤维直径 d 。
- 7.3.2 测量树脂微滴沿纤维轴向的包埋长度 L ，测量3次取平均值，精确至 $1\mu\text{m}$ 。
- 7.3.3 记录微滴的外观形态，确认无初始缺陷。

7.4 加载试验

- 7.4.1 设置试验机加载速率为 $0.1\mu\text{m/s} \sim 1.0\mu\text{m/s}$ ，宜采用 $0.5\mu\text{m/s}$ 。可根据树脂类型调整，但应在报告中注明。
- 7.4.2 启动试验机，沿纤维轴向匀速加载，同时通过光学系统实时观察脱粘过程，同步采集载荷-位移曲线。
- 7.4.3 加载至树脂微滴与纤维完全脱粘、载荷出现明显下降后，停止加载，记录最大脱粘力 F_{max} 。

7.5 试验有效性判定

试验后通过光学观测结合载荷-位移曲线判断试验有效性，满足以下全部条件的为有效试验：

- a) 失效模式为界面脱粘，即树脂微滴整体从纤维表面剥离，微滴内部无碎裂，纤维无断裂；
- b) 载荷-位移曲线有清晰的峰值，峰值后载荷显著下降；
- c) 脱粘后纤维表面无大面积树脂残留，或残留面积不超过界面总面积的10%。

8 结果计算与表示

8.1 单个试样界面剪切强度

按式（1）计算每个有效试样的界面剪切强度。

8.2 统计值计算

8.2.1 算术平均值一组有效试样界面剪切强度的算术平均值按式（2）计算：

$$\tau_{\text{avg}} = \frac{\sum_{i=1}^n \tau_i}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

τ_{avg} ——界面剪切强度平均值，单位为兆帕（MPa）；

τ_i ——第*i*个有效试样的界面剪切强度，单位为兆帕（MPa）；

n——有效试样数量。

8.2.2 标准偏差界面剪切强度的标准偏差按式（3）计算：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tau_i - \tau_{\text{avg}})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

s——界面剪切强度的标准偏差，单位为兆帕（MPa）。

8.2.3 变异系数界面剪切强度的变异系数按式（4）计算：

$$CV = \frac{s}{\tau_{\text{avg}}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

CV——界面剪切强度的变异系数，以%表示。

8.3 异常值处理

可采用格拉布斯（Grubbs）检验法对一组测试数据进行异常值判定，剔除异常值后有效试样数量仍不应少于30个。

8.4 结果表示

试验结果以界面剪切强度的算术平均值、标准偏差和变异系数表示，平均值保留2位有效数字，标准偏差和变异系数保留1位小数。

9 精密度

9.1 重复性

在同一实验室，由同一操作人员使用同一设备，按相同试验方法对同一组试样进行测试，两次测试结果的相对偏差不应大于15%。

9.2 再现性

在不同实验室，由不同操作人员使用不同设备，按相同试验方法对同一组试样进行测试，两组测试结果平均值的相对偏差不应大于25%。

10 试验报告

试验报告应至少包含以下内容：

- a) 本文件的编号和名称；
- b) 试样信息：玻璃纤维布的型号、牌号、生产单位，树脂的类型、牌号、配比及固化/成型工艺参数；
- c) 试验环境条件：温度、相对湿度；
- d) 试验参数：加载速率、有效试样数量；
- e) 试验结果：界面剪切强度的平均值、标准偏差、变异系数；
- f) 典型失效模式说明；
- g) 试验过程中的异常现象及说明；
- h) 试验日期、试验人员；
- i) 其他需要说明的事项。

10.1.1 结果与报告

试验两个试样，报告两个试验结果的平均值。
