

岛津 XRD 测试碳纤维取向度

XRD-036

摘要：纤维材料分子链、微晶择优取向的程度对纤维的机械强度、弹性模量及其它机械性能有着直接影响，是纤维材料重要的指标之一。针对纤维取向度测试，岛津 X 射线衍射分析法 (XRD) 纤维取向度专用附件可方便、迅捷的对聚合物等纤维材料取向度进行测定，本文以某碳纤维材料为例对纤维材料取向度进行了测定，结果显示该碳纤维材料取向度为 83.7%。该方法可拓展用于其它各类聚合物纤维材料的取向度测定工作。

关键词：纤维 取向度 岛津 XRD

合成纤维等线形聚合物在纺丝、拉伸、压延、注塑、挤出等加工过程中，以及在温度场、压力场、电磁场等的作用下，大分子链或链段、微晶会表现出不同程度的取向；未取向时，大分子链或链段、微晶的排列是随机的，因而材料性能呈现各向同性；发生取向后，由于在取向方向上原子之间的作用力以化学键为主，而在与之垂直的方向上，原子间的作用力以较弱的范德华力为主，因而性能上会呈现各向异性。故而，纤维材料分子链、微晶择优取向的程度对纤维的机械强度、弹性模量及其它机械性能有着直接影响，是纤维材料重要的指标之一。

X 射线衍射分析法 (XRD) 作为材料结构分析的典型手段，亦可对纤维材料取向度进行有效表征。在正交透射模式下 (图 1)，将纤维束置于子午线方向，保持光管、样品位置固定不动，探测器作 2θ 扫描收集衍射信号，此过程称为子午扫描。将纤维束置于赤道线方向，重复上述过程，即为赤道扫描；存在高度取向的纤维，赤道扫描与子午扫描谱图差异较大。选取某特征衍射峰，将探测器固定于该特征峰峰位处后，纤维束在垂直于入射 X 射线的平面内旋转 (图 1)，测得 β -I

强度分布曲线，此过程称之为方位角扫描，并采用以下经验公式即可计算纤维取向度 π 。

$$\pi = \frac{180^\circ - H}{180^\circ} \times 100\%$$

式中： π —纤维取向度

H—方位角扫描谱峰半峰宽 (单位°)

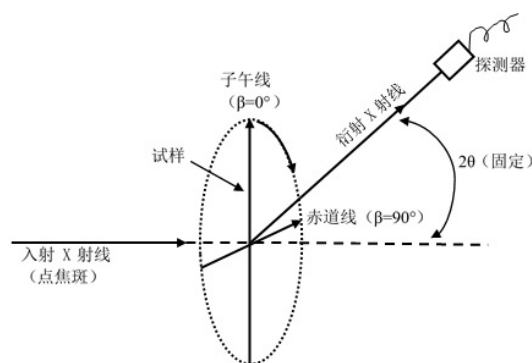


图 1 纤维取向度测试时光路示意图

针对纤维取向度测试，岛津 XRD 开发有纤维取向度专用附件，可方便、迅捷的对聚合物等纤维材料取向度进行测定，本文以某碳纤维材料为例进行了展示。

实验部分

1.1 仪器

岛津 X 射线衍射仪 XRD-6100

1.2 分析条件

表 1 测试参数

仪器	: XRD-6100	发散狭缝	: 4°圆孔狭缝
激发源	: CuK α , $\lambda=0.15406$ nm	防散射狭缝	: 1°
单色化	: 石墨单色器	接收狭缝	: 0.3 mm
管压 / 管流	: 40 kV / 40 mA	扫描模式	: 赤道扫描 2theta 子午扫描 2theta 方位角扫描 Beta
步长 / 时间	: 赤道扫描 0.02° / 2.5 s 子午扫描 0.02° / 2.5 s 方位角扫描: 0.5° / 1.5 s	角度范围	: 赤道扫描 10-90° 子午扫描 10-90° 方位角扫描 90-270°

■ 样品处理

取长束碳纤维剪至大致等长，梳理平齐后，利用专用样品架两端垫片夹持固定，尽量保证纤维束平直拉紧(图 2)；然后将该样品架插入旋转样品台后(图 3)，开始测试。



图 2 纤维样品架

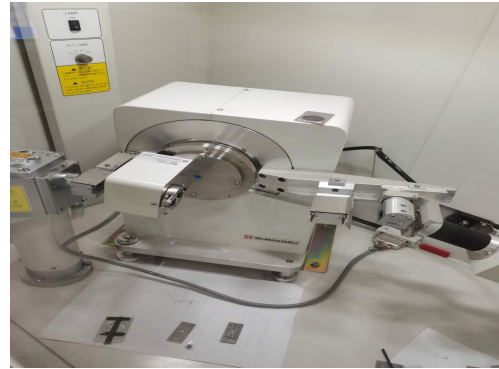


图 3 旋转样品台（正交透射模式）

■ 结果与讨论

碳纤维赤道扫描及子午扫描谱图叠加，如图 4 所示。纤维束在两种方向放置测试，测得谱图差异十分明显，例如黑色箭头标示处，赤道扫描，该衍射峰强度非常高，而在子午扫描时该处基本未出峰，这表明该碳纤维存在严重的择优取向。

利用岛津分析软件“Basic Process”模块，对赤道扫描谱图进行处理，读取最强峰衍射角 $2\theta=25.69^\circ$ ，将探测器固定在 25.69° 进行方位角扫描，测得的强度分布曲线如图 5 所示。

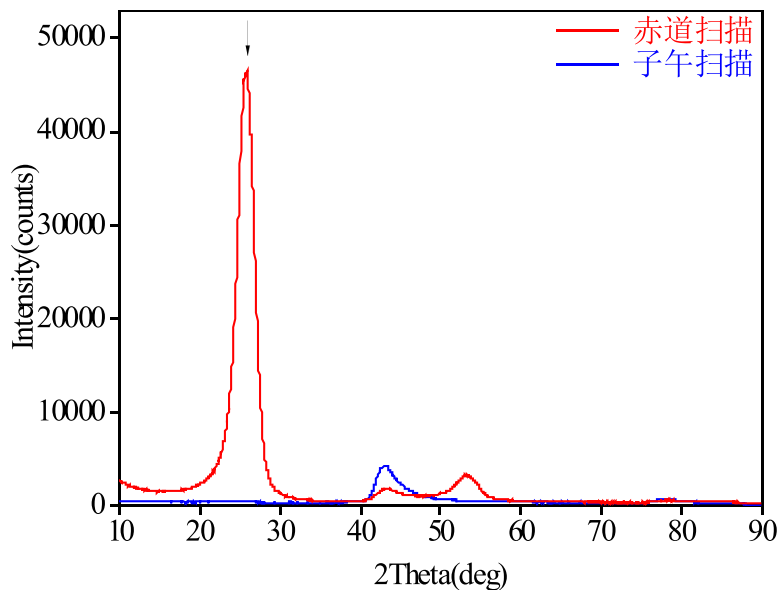


图 4 碳纤维样品赤道扫描与子午扫描谱图叠加

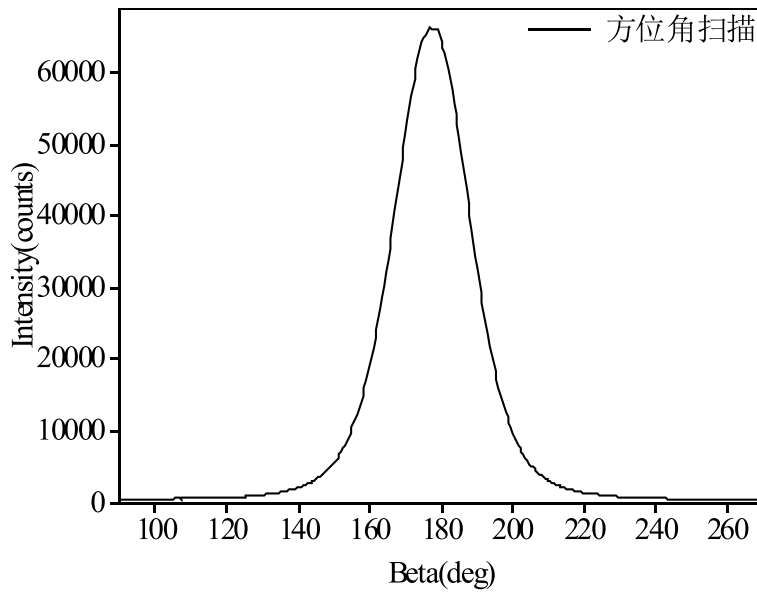


图5 碳纤维样品方位角扫描谱图

利用岛津分析软件“Basic Process”模块，对方位角扫描谱图进行平滑、扣除背底、寻峰等操作后，利用岛津分析软件“Preferred Orientation”模块即可直接计算出碳纤维样品取向度为 83.7%。研究表明，纤维取向度越高，则纤维长度方向上的机械强度、弹性模量等机械性能越好；因此，类似的测试可拓展用于不同批次、不同工艺下纤维产品的对比，测试结果对于纤维材料的生产研发和工艺控制具有重要的指导意义。

■ 结论

本文以某碳纤维材料为例，利用岛津 X 射线衍射仪纤维取向度专用附件对纤维取向度进行了测定，结果显示该碳纤维取向度为 83.7%。本文测试方法可拓展用于其它各类聚合物纤维材料的取向度测定工作，测试结果对于纤维材料的生产研发和工艺控制具有重要的指导意义。

岛津应用云

