



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104597327 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 06

(21) 申请号 201510061436. 6

(22) 申请日 2015. 02. 06

(71) 申请人 厦门大学

地址 361005 福建省厦门市思明南路 422 号

(72) 发明人 李思维 李永财 李华展 陈立富

苏智明 涂惠彬

(74) 专利代理机构 厦门南强之路专利事务所

(普通合伙) 35200

代理人 马应森

(51) Int. Cl.

G01R 27/14(2006. 01)

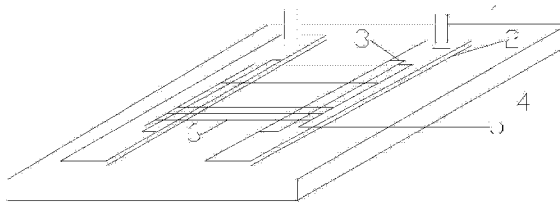
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

陶瓷纤维电阻率的测试方法

(57) 摘要

陶瓷纤维电阻率的测试方法, 涉及陶瓷纤维。利用双面胶将多根陶瓷纤维平行粘结于金属板样品台上, 利用银导电胶使多根纤维处于并联状态; 待银胶凝固后, 将纤维试样连同金属板样品台一起放入金属电磁屏蔽盒中; 将样品台、测试电路电流的静电计以及提供测试电压的数字源表串联; 在恒温恒湿条件下, 进行微电流测试实验, 每测量出一个电流值之后, 关闭数字源表电压的输出, 打开金属屏蔽盒, 拨断一根纤维, 然后继续测量剩余并联纤维对应的微电流, 直至不同根数纤维对应的电流全部测出; 根据欧姆定律及体积电阻率计算公式求出多组不同根数纤维的电阻率值, 并获得统计平均值。可有效解决细直径陶瓷纤维高电阻无法准确测量的问题。



1. 陶瓷纤维电阻率的测试方法,其特征在于包括以下步骤:

1) 利用双面胶,将至少 10 根陶瓷单纤维等间距、平行粘结于金属板样品台上,使陶瓷单纤维在一定张力作用下拉直;

2) 在双面胶外侧,即陶瓷单纤维与金属板样品台结合处涂一层导电银胶,使陶瓷单纤维、银胶与金属板样品台导通,此时,每根陶瓷单纤维在电路中处于并联连接状态;

3) 开始测试前,将测试环境湿度控制在 40% 以下;

4) 待银胶凝固之后,将被测样品连同金属板样品台一放入金属屏蔽盒中;

5) 将金属屏蔽盒中的金属板样品台与静电计、数字源表串联连接;

6) 打开数字源表,用以输出电压,利用静电计测量微电流,读出流经各并联陶瓷单纤维的总电流值;

7) 读出第一个电流值后,关闭数字源表的电压输出,打开金属屏蔽盒,拨断一根陶瓷单纤维,而后关闭金属屏蔽盒,并重复步骤 4),直至测出最后一根陶瓷单纤维对应的电流值;

8) 根据欧姆定律 $I = \frac{U}{R}$,计算出每次电流值对应的电阻值 $R = \frac{U}{I}$;

9) 利用超景深光学显微镜测试每根陶瓷单纤维的直径,并记录;

10) 将电阻率计算公式 $\rho = RS/L$ 变换为 $\rho = 0.00314 \times n \times R \times d^2$,并计算出 n 根陶瓷单纤维的统计电阻率值,求出陶瓷纤维平均电阻率;其中 n 表示陶瓷单纤维的根数, R 表示陶瓷单纤维的电阻, d 表示陶瓷单纤维的直径。

2. 如权利要求 1 所述陶瓷纤维电阻率的测试方法,其特征在于在步骤 1) 中,所述陶瓷单纤维采用碳化硅纤维、氮化硅纤维、氧化铝纤维或氧化锆纤维。

3. 如权利要求 1 所述陶瓷纤维电阻率的测试方法,其特征在于在步骤 1) 中,所述金属板样品台采用铜板样品台或铝板样品台。

陶瓷纤维电阻率的测试方法

技术领域

[0001] 本发明涉及陶瓷纤维,具体是涉及一种陶瓷纤维电阻率的测试方法。

背景技术

[0002] 陶瓷纤维主要包括非氧化物陶瓷纤维和氧化物陶瓷纤维两大类,非氧化物陶瓷纤维主要包括碳化硅纤维、氮化硅纤维、氮化硼纤维等,氧化物陶瓷纤维主要包括氧化铝纤维、氧化锆纤维及钇铝石榴石纤维等。上述纤维除具有耐高温、低密度、高强度等共性特征之外,还具有不同的功能,在航空航天及先进武器装备中有各自重要的应用。其中一项重要的应用是将上述纤维作为介电材料,制备为高性能复合材料,应用在电磁功能器件中。通常利用陶瓷纤维的电阻率来评价其介电性能,进而评价其电磁功能。因此,如何测定陶瓷纤维电阻率是进行复合材料电磁性能优化设计与制备的重要前提。

[0003] 陶瓷纤维体积电阻率一般介于 $10^4 \sim 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 。由于纤维直径细小(约为 $10 \mu\text{m}$),单根纤维的电阻往往高于 $10^{10} \Omega$,超出常规电阻仪量程。且高阻的测量常常受到静电效应、空气湿度等环境因素影响,难以测量准确。因此,需针对陶瓷纤维的特殊形态和电学性质,发展简易、有效的电阻率测试方法。

[0004] 国标 GB/T3048.2-2007 中规定了电线电缆电性能试验方法,测试对象为直径为毫米量级以上的金属电线材料。这一类材料电阻率极低,直径大,因而测试电阻值低,利用常规的电学测试技术,结合规范操作即可准确测量,但不适用于电阻值较高的细直径陶瓷纤维材料。目前,针对测试细直径纤维类材料电阻率的研究主要集中于碳纤维。如日本工业标准 JIS-R7601-1680 中描述了碳纤维体积电阻率的测定方法。采用四探针技术,可以有效降低测试过程中接触电阻和引线对测试结果的影响,提高精度。

[0005] 李华昌(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,1996,6)提及了测量碳纤维电阻率的方法,研究了碳纤维及其复合材料在室温和中温(最高至 100°C)下电阻率的测试方法和装置,并利用自行研制的电阻测定仪测定了几种碳纤维及不同铺层的碳/环氧复合材料在室温和中温下的电阻率。

[0006] 中国航天工业总公司于 1998 年发布了 QJ3074-1998《碳纤维及其复合材料电阻率测试方法》行业标准。标准中规定了航天产品用碳纤维及其复合材料电阻率的测试原理、测试仪器、试样要求、测试程序和电阻率计算等。

[0007] 何凤梅(何凤梅等,碳纤维电阻率的评价表征,宇航材料工艺,2010,2)对 QJ3074-1998 航天行业标准进行了补充,着重对碳纤维长度、试样状态和环境温度等参数对电阻率测试的影响进行了描述,此外,通过对 QJ3074-1998 中测试原理和测试夹具进行改进,实现了更高的测试精度和更宽的测试范围。

[0008] 然而,四探针法的测试原理决定了其主要用于低电阻率材料的测试。正如国标 GB/T3048.2-2007 中规定,当被测电阻小于 10Ω 时,适宜采用四探针法。然而,对于电阻率普遍高于 $10^{10} \Omega$ 的陶瓷纤维来说,接触电阻已经可以忽略。而更为重要的是,四探针法要求的电路连接方式会在高电阻测试过程中产生不可忽略的误差。因此,上述碳纤维电阻率的测试

方法不适用于陶瓷纤维电阻率的测试。目前还未见关于测量陶瓷纤维电阻率方法的专利及文献报道。

发明内容

[0009] 本发明的目的旨在提供一种陶瓷纤维电阻率的测试方法。

[0010] 本发明包括以下步骤：

[0011] 1) 利用双面胶,将至少 10 根陶瓷单纤维等间距、平行粘结于金属板样品台上,使陶瓷单纤维在一定张力作用下拉直；

[0012] 2) 在双面胶外侧,即陶瓷单纤维与金属板样品台结合处涂一层导电银胶,使陶瓷单纤维、银胶与金属板样品台导通,此时,每根陶瓷单纤维在电路中处于并联连接状态；

[0013] 3) 开始测试前,将测试环境湿度控制在 40% 以下；

[0014] 4) 待银胶凝固之后,将被测样品连同金属板样品台一放入金属屏蔽盒中；

[0015] 5) 将金属屏蔽盒中的金属板样品台与静电计、数字源表串联连接；

[0016] 6) 打开数字源表,用以输出电压,利用静电计测量微电流,读出流经各并联陶瓷单纤维的总电流值；

[0017] 7) 读出第一个电流值后,关闭数字源表的电压输出,打开金属屏蔽盒,拨断一根陶瓷单纤维,而后关闭金属屏蔽盒,并重复步骤 4),直至测出最后一根陶瓷单纤维对应的电流值；

[0018] 8) 根据欧姆定律 $I = \frac{U}{R}$,计算出每次电流值对应的电阻值 $R = \frac{U}{I}$ ；

[0019] 9) 利用超景深光学显微镜测试每根陶瓷单纤维的直径,并记录；

[0020] 10) 将电阻率计算公式 $\rho = RS/L$ 变换为 $\rho = 0.00314 \times n \times R \times d^2$,并计算出 n 根陶瓷单纤维的统计电阻率值,求出陶瓷纤维平均电阻率；其中 n 表示陶瓷单纤维的根数, R 表示陶瓷单纤维的电阻, d 表示陶瓷单纤维的直径。

[0021] 在步骤 1) 中,所述陶瓷单纤维可采用碳化硅纤维、氮化硅纤维、氧化铝纤维或氧化锆纤维等细直径陶瓷纤维；所述金属板样品台可采用铜板样品台或铝板样品台等。

[0022] 本发明的有益效果如下：

[0023] 本发明采用数字源表提供电压源,采用静电计测量微电流,通过控制湿度,实现陶瓷纤维高电阻的准确测量。其中,利用金属板样品台,一次平行粘结多根纤维进行测量,避免了多次制样对单丝纤维的损伤,提高制样成功率；各纤维处于并联状态,测试时通过逐一拨断纤维,可实现多组不同根数纤维电阻率的统计测量,提高测试效率；测试过程样品及样品台被金属屏蔽盒所保护,避免了微电流测量时电磁场及静电效应的干扰,进一步提高测试精度；本发明为准确、高效地测量陶瓷纤维高电阻率提供了简单可靠的测试方法。

附图说明

[0024] 图 1 为陶瓷纤维测试制样示意图。

[0025] 图 2 为电阻测试的电路连接示意图。

[0026] 图 3 为多组不同根数电阻率测试的操作示意图。

具体实施方式

[0027] 下面实施例将结合附图对本发明做进一步说明。实施例仅对发明内容做进一步说明,不作为对发明内容的限制。

[0028] 实施例 1:

[0029] 参见图 1 ~ 3,测试连续碳化硅纤维的电阻率

[0030] 原材料:连续碳化硅纤维 6;切割后长度为 30mm,10 根;

[0031] 金属板样品台 2:底部为 120mm×100mm 塑料绝缘板 4,上端固定两块平行铜板,板间距 25mm,铜板尺寸为 70mm×20mm×5mm;

[0032] 双面胶 3:宽度为 8mm;

[0033] 导电银胶 5:SPI;

[0034] 铜导线 10:若干条;

[0035] 导线接线柱 1;

[0036] 刀片 11:普通刀片。

[0037] 实验装置:静电计 8:吉时利 6514B;

[0038] 数字源表 7:吉时利 2400;

[0039] 光学显微镜:放大倍数为 2000 倍;

[0040] 金属屏蔽盒 9。

[0041] 制样过程:

[0042] 在室温下,将双面胶平行粘于金属板样品台上,把 10 根纤维等间距平行粘结于导电银胶上,使纤维在一定张力作用下拉直,然后在双面胶的内侧纤维和金属接触部分刷一层导电银胶;待银胶凝固后,将样品台放入金属屏蔽盒中,将静电计、数字源表串联连接。

[0043] 测试过程:

[0044] 利用除湿机将测试环境湿度控制为 35%;接通电源,打开数字源表和静电计,电压设置 200V,开始测量,开机后等待 2min 再读数,每读出一个电流值,记录十根并联的电流值为 0.4463nA,对应电阻 R 为 $4.4810 \times 10^{11} \Omega$,而后关闭数字源表的电压输出,打开屏蔽盒,用刀片拨断一根纤维,然后继续测量剩余的并联纤维的电流,如此重复(如图 3),直至最后读出一根纤维对应的电流值 0.0446nA,对应的电阻值为 $4.4843 \times 10^{12} \Omega$ 。根据欧姆定律 $I = U/R$,计算出每次电流值对应的电阻值 $R = U/I$;利用超景深光学显微镜测试每根纤维的直径,并记录;将电阻率计算公式 $\rho = RS/L$ 变换为 $\rho = 0.00314 \times n \times R \times d^2$ (n 表示纤维的根数, R 表示纤维的电阻, d 表示纤维的直径),并利用该式,计算出 10 组不同根数纤维的电阻率值,最后求出纤维的平均电阻率值为 $3.1405 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0045] 本发明采用导电银胶将纤维与金属板粘结,以保证良好地传导电流,实现多根纤维的无损并联。

[0046] 测试时应该在室温下进行,并控制湿度低于 40%,避免温度波动及水汽成膜对测量结果产生影响。被测的样品及样品台应放在接地的金属屏蔽盒中,降低电磁干扰及静电效应对微电流测量的影响;在样品台上平行粘结多根纤维,通过拨断纤维,测量出不同根数纤维对应的电流值,进而计算获得平均电阻率,实现多组不同根数纤维电阻率的统计测量。

[0047] 本发明可有效解决细直径陶瓷纤维高电阻无法准确测量的问题。本发明利用双面胶将多根陶瓷纤维平行粘结于金属板样品台上,利用银导电胶使多根纤维处于并联状态;

待银胶凝固后,将纤维试样连同金属样品台一起放入金属电磁屏蔽盒中;将样品台、测试电路电流的静电计以及提供测试电压的数字源表串联;在恒温恒湿条件下,进行微电流测试实验,每测量出一个电流值之后,关闭数字源表电压的输出,打开金属屏蔽盒,拨断一根纤维,然后继续测量剩余并联纤维对应的微电流,直至不同根数纤维对应的电流全部测出;根据欧姆定律及体积电阻率计算公式求出多组不同根数纤维的电阻率值,并获得统计平均值。

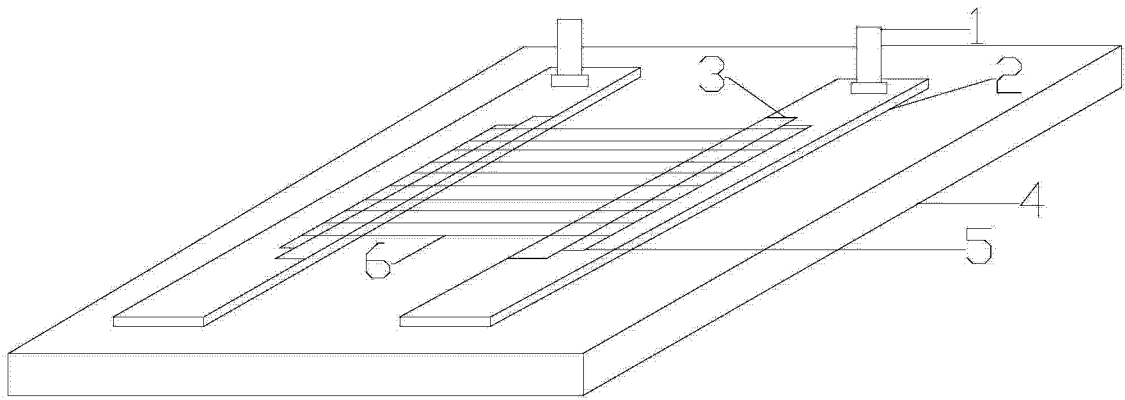


图 1

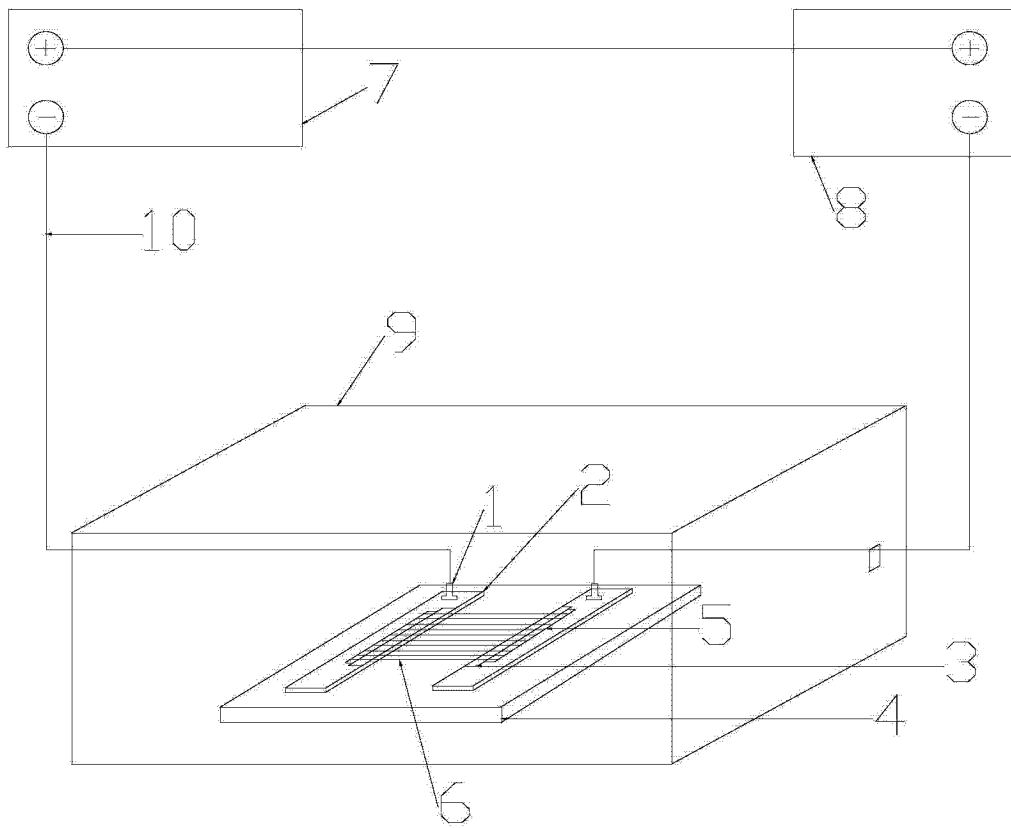


图 2

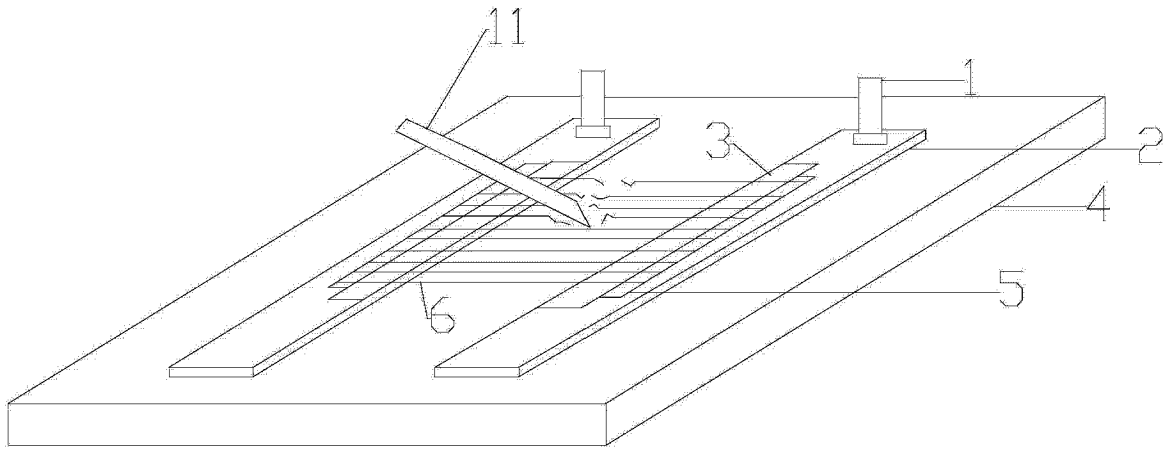


图 3