

浮力法测试定向纤维增强聚合物基复合材料密度的不确定度评定

丁辰 李萍

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司 北京 100081

摘要: 本文依据GB/T 1463-2005《纤维增强塑料密度和相对密度试验方法》，采用浮力法对定向纤维增强聚合物基复合材料的密度进行测试，并对该测试方法的测量不确定度进行全面评定。通过分析测量过程中各不确定度来源，包括重复测量引入的不确定度、电子天平测量不准引入的不确定度（分辨力、示值误差）、浸渍液密度随温度变化引起的不确定度等因素，建立完整的不确定度评定数学模型。通过对不确定度贡献的定量分析，提出了减小测量不确定度的方法，对提高纤维增强聚合物基复合材料密度测试的准确性和可靠性具有重要指导意义。

关键词: 纤维增强聚合物；密度测试；浮力法；不确定度评定；复合材料

引言

现代科技迅猛发展，复合材料尤其是纤维增强聚合物基复合材料在航空航天、轨道交通、新能源汽车等诸多领域应用广泛。其具备高强、轻质、耐腐蚀等优异特性，是衡量国家科技水平的重要标志之一。碳纤维增强聚合物基复合材料（CFRP）因综合性能卓越而备受关注。碳纤维复合材料应用广泛，其工程性能与密度紧密相关，研究其密度意义重大。碳纤维复合材料由碳纤维和基体材料制成，碳纤维密度约 1.7g/cm^3 ，基体材料密度因类型不同在 $1.3\text{--}2.3\text{g/cm}^3$ 间。其密度取决于纤维/基体比例、孔隙率等微观结构。作为基本的物理参数，密度影响着产品质量和力学、热学等性能，可根据产品需求来调节密度，以获得最优的性能。

1 试验部分

1.1 测试原理

依据GB/T1463-2005《纤维增强塑料密度和相对密度试验方法》，在标准环境下，称量试样在空气中的质量；然后将试样全部浸入 $(23\pm 2)^\circ\text{C}$ 的浸渍液中，称量其在浸渍液中的质量（要求试样上端距离液面 10mm ，试样表面不能粘附气泡^[1]）。根据阿基米德原理，试样在浸渍液中所受浮力等于试样排开同体积浸渍液的重量，由此可计算出试样的体积，进而得到密度。

1.2 仪器设备与材料

(1) 电子天平：型号MettlerToledoXPE205，量程 $0\text{--}220\text{g}$ ，分辨力 0.00001g ，经计量检定合格；(2) 恒温水浴槽：温度控制精度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ；(3) 温度计：测量范围 $0\text{--}50^\circ\text{C}$ ，分辨力 0.1°C ，经计量检定合格；(4) 浸渍液：无水乙醇（分析纯）， 23°C 时密度为 0.7893g/cm^3 ；(5) 碳纤维复合材料试

样：尺寸约为 $30\text{mm}\times 30\text{mm}\times 2.8\text{mm}$ ，质量约为 4g ，样品表面光洁平整，无裂缝，无气泡，边缘无毛刺飞边。

1.3 试验过程

(1) 试样状态调节：将试样置于 $(23\pm 2)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 的环境中进行 48h 状态调节。(2) 浸渍液温度控制：将无水乙醇注入恒温水浴槽，控制温度为 $(23.0\pm 0.1)^\circ\text{C}$ ，并持续恒温 2h 以确保温度均匀稳定。(3) 空气中质量测量：使用电子天平在标准环境下测量试样在空气中的质量 m_a ，精确至 0.00001g ^[2]。(4) 浸渍液中质量测量：将试样完全浸入恒温浸渍液中，确保试样上端距离液面 10mm ，且表面无气泡附着，测量试样在浸渍液中的表观质量 m_l 。

2 不确定度分析

2.1 数学模型

根据GB/T 1463-2005《纤维增强塑料密度和相对密度试验方法》中浮力法测定密度公式：

$$\rho = \frac{m_a \cdot \rho_l}{m_a - m_l}$$

式中：

ρ ：试样密度 (g/cm^3)

m_a ：试样在空气中的质量 (g)

m_l ：试样在浸渍液中的表观质量 (g)

ρ_l ：浸渍液在试验温度下的密度 (g/cm^3)

为便于不确定度分析，对该数学模型进行全微分：

$$d\rho = \frac{\partial \rho}{\partial m_a} dm_a + \frac{\partial \rho}{\partial m_l} dm_l + \frac{\partial \rho}{\partial \rho_l} d\rho_l$$

各偏导数分别为：

$$\frac{\partial \rho}{\partial m_a} = -\frac{m_l \cdot \rho_l}{(m_a - m_l)^2}$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial m_1} = \frac{m_a \cdot \rho_1}{(m_a - m_1)^2}$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial \rho_1} = \frac{m_a}{m_a - m_1}$$

根据不确定度传播律, 密度测量的合成标准不确定度 $u_c(\rho)$ 可表示为:

$$u_c^2(\rho) = \left(\frac{\partial \rho}{\partial m_a}\right)^2 u^2(m_a) + \left(\frac{\partial \rho}{\partial m_1}\right)^2 u^2(m_1) + \left(\frac{\partial \rho}{\partial \rho_1}\right)^2 u^2(\rho_1)$$

其中, $u(m_a)$ 、 $u(m_1)$ 、 $u(\rho_1)$ 分别为 m_a 、 m_1 、 ρ_1 的标准不确定度。

2.2 不确定度来源分析

通过分析测试过程, 密度测量的不确定度主要来源

于以下几个方面:

(1) 重复测量引入的不确定度; (2) 电子天平称量引入的不确定度(测量不准引入的不确定度、分辨力引入的、示值误差引入的); (3) 浸渍液密度随温度变化引起的不确定度; (4) 环境因素(温度、湿度、气压)对空气浮力的影响; (5) 试样表面气泡和浸渍液润湿性带来的影响;

2.3 不确定度分量评定

2.3.1 重复测量引入的不确定度 u_1

测量重复性引入的不确定度为A类不确定度。在(23±2)°C环境下, 对样品重复测量10次空气中质量, 结果如表1所示。

表1 重复测量空气中质量数据(g)

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
质量	4.00125	4.00132	4.00128	4.00136	4.00130	4.00127	4.00133	4.00129	4.00131	4.00126

计算平均值 $\bar{m}_a = 4.001297\text{g}$

单次测量试验标准差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m}_a)^2}{n-1}} = 0.000035\text{g}$$

10次测量平均值的标准不确定度:

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.000035}{\sqrt{10}} = 0.000011\text{g}$$

2.3.2 电子天平示值误差引入的不确定度 u_2

根据电子天平校准证书, 该天平在4g量程点的最大允许误差为±0.00005g。按照均匀分布考虑, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, 则标准不确定度为:

$$u_2 = \frac{0.00005}{\sqrt{3}} = 0.000029\text{g}$$

2.3.3 电子天平分辨力引入的不确定度 u_3

该电子天平的分辨力为0.00001g。对于数字显示仪器, 其分辨力引入的不确定度通常按均匀分布考虑, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, 则标准不确定度为:

$$u_3 = \frac{0.00001}{2\sqrt{3}} = 0.000003\text{g}$$

2.3.4 浸渍液密度随温度变化引入的不确定度 u_4

无水乙醇在23°C时的密度为0.7893g/cm³, 其温度系数约为-0.00096 g/(cm³·°C)。试验中温度控制精度为±0.1°C, 则温度波动导致的密度变化范围为±0.000096g/cm³。按照均匀分布考虑, 包含因子 $k = \sqrt{3}$, 则标准不确定度为:

$$u_4 = \frac{0.000096}{\sqrt{3}} = 0.000055\text{g/cm}^3$$

此外, 查阅文献得知无水乙醇密度标准值的不确定

度约为0.00005g/cm³(扩展不确定度, $k = 2$)。因此, 标准不确定度为:

$$u_{4s} = \frac{0.00005}{2} = 0.000025\text{g/cm}^3$$

综合上述两项, 浸渍液密度的标准不确定度为:

$$u(\rho_1) = \sqrt{u_4^2 + u_{4s}^2} = \sqrt{0.000055^2 + 0.000025^2} = 0.000060\text{g/cm}^3$$

2.3.5 空气浮力影响引入的不确定度 u_5

根据OIML R111-1:2004, 在常规实验室条件下, 空气密度约为(1.2±0.1) kg/m³。对4g样品而言, 空气浮力引起的质量修正约为0.000005 g, 其不确定度相对较小, 可忽略不计^[3]。

2.3.6 质量测量合成标准不确定度

空气中质量 m_a 和浸渍液中质量 m_1 的合成标准不确定度为:

$$u(m) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = \sqrt{0.000011^2 + 0.000029^2 + 0.000003^2} = 0.000031\text{g}$$

2.4 密度测量合成标准不确定度计算

选取一组典型数据进行计算: $m_a = 4.00130\text{g}$, $m_1 = 2.01129\text{g}$, $\rho_1 = 0.7893\text{g/cm}^3$

计算试样密度:

$$\rho = \frac{m_a \cdot \rho_1}{m_a - m_1} = \frac{4.00130 \times 0.7893}{4.00130 - 2.01129} = 1.5870\text{g/cm}^3$$

各偏导数计算:

$$\frac{\partial \rho}{\partial m_a} = -\frac{m_1 \rho_1}{(m_a - m_1)^2} = -\frac{2.01130 \times 0.7893}{(1.99001)^2} \approx -0.4009$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial m_1} = \frac{m_a \rho_1}{(m_a - m_1)^2} = \frac{4.00130 \times 0.7893}{(1.99001)^2} \approx 0.7975$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial \rho_l} = \frac{m_a}{m_a - m_l} = \frac{4.00130}{1.99001} \approx 2.0107$$

密度测量的合成标准不确定度 (假设 $u(m_a) = u(m_l) = 0.000031\text{g}, u(\rho_l) = 0.000060\text{g/cm}^3$):

$$u_c(\rho) = \sqrt{\left(\frac{\partial \rho}{\partial m_a}\right)^2 u^2(m_a) + \left(\frac{\partial \rho}{\partial m_l}\right)^2 u^2(m_l) + \left(\frac{\partial \rho}{\partial \rho_l}\right)^2 u^2(\rho_l)}$$

$$u_c(\rho) = \sqrt{(-0.4009)^2 \times (0.000031)^2 + (0.7975)^2 \times (0.000031)^2 + (2.0107)^2 \times (0.000060)^2}$$

$$u_c(\rho) \approx 0.000124\text{g/cm}^3$$

2.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ (约95%置信水平), 扩展不确定度为:

$$U = k \times u_c(\rho) = 2 \times 0.000124 \approx 0.00025\text{g/cm}^3$$

3 测量结果及其不确定度报告

经测试和不确定度评定, 该碳纤维增强聚合物基复合材料的密度为:

$$\rho = 1.5870\text{g/cm}^3, U = 0.00025\text{g/cm}^3, K = 2$$

该结果表示, 在95%的置信水平下, 真实密度值落在 $1.58675\text{g/cm}^3 \sim 1.58725\text{g/cm}^3$ 区间内的概率为95%。

4 减小不确定度的方法

通过上述分析, 可以看出浸渍液密度的不确定度是主要影响因素, 可采取以下措施: 优化浸渍液选择, 选用温度系数小且与材料相容的液体, 如蒸馏水, 或采用经计量认证的标准密度液体; 提高温度控制精度, 使用高精度恒温装置, 将温度控制精度从 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 提高到 $\pm 0.01^\circ\text{C}$, 延长恒温时间, 实时监测温度并记录, 必要时修正; 优化测

量设备, 选用高精度、高稳定性的电子天平; 改进测试方法, 多次测量取平均, 定期校准设备, 预先去除试样表面气泡, 规范操作流程; 环境控制方面, 保持实验室温度在 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 范围内, 控制相对湿度在 $50\% \pm 5\%$, 在天平周围设置防风罩以避免气流扰动。

5 结语

本文依据GB/T 1463-2005标准, 运用浮力法对碳纤维复合材料的密度展开测试, 并系统评定测量过程的不确定度。测试结果显示, 该材料密度为 $\rho = 1.5870\text{g/cm}^3$, $U = 0.00025\text{g/cm}^3$, $k = 2$ 。经不确定度分量贡献分析, 浸渍液密度的不确定度是影响最终测量结果的主要因素, 贡献率达95.0%, 电子天平测量引入的不确定度贡献率占5.0%。基于此, 提出优化浸渍液选择、提高温度控制精度、优化测量设备、改进测试方法和加强环境控制等减小不确定度的具体举措, 对提高测试准确性和可靠性意义重大。

参考文献

- [1]李艳,刘超,赵德明,等.碳纤维真密度测量及不确定度评定[J].工业计量,2025,35(S1):124-127.
- [2]周启文.碳纤维-金刚石/铝复合材料的制备与热物理性能研究[D].沈阳工业大学,2023.DOI:10.27322/d.cnki.gsgyu.2023.001586.
- [3]王亚丽,杨琳,孙龙,等.碳纤维织物增强铜基复合材料的显微结构及其热物理性能[J].材料科学与工程学报,2020,38(01):153-157.