

## F—12 纤维预浸渍成型工艺研究

杨建奎

( 陕西非金属材料工艺研究所 西安 710025 )

**文 摘** 针对 F—12 纤维浸渍环氧树脂基体制做预浸胶带性能要求和工艺特点,研究了影响基体含量、挥发份、胶带外观结构的主要工艺因素和控制范围。结果表明,采用优化后的工艺参数生产的预浸胶带质量稳定,缠绕的 150 mm 压力容器特性系数达到了 37 km。

**关键词** 浸胶工艺,芳纶纤维,环氧树脂

## A Research on F - 12 Fiber Preimpregnating Technique

Yang Jiankui

( Shaanxi Research Institute of Non-metal Material Technology Xi'an 710025 )

**Abstract** In this article, the primary process factors to influence matrix content, volatiles and prepreg appearance and their control range are studied according to property requirements and processing characteristics to make the F - 12 fiber prepregs impregnated by epoxy resin systems. The research shows that the quality of the prepregs is stable if the processing parameters are optimized, and that the performance factor of 150 mm winding pressure vessel is up to 37 km.

**Key words** Impregnated process, Aramid fiber, Epoxy resin

### 1 前言

纤维预浸胶带是缠绕复合材料制品用的中间材料,对复合材料发展起着十分重要的作用。在国外纤维预浸渍胶带生产已成为一种专门的工艺技术,绝大部分由专业化工厂生产,其产品的大部分用于缠绕和层压制品<sup>[1,2]</sup>。国内纤维预浸渍技术目前还未形成专业化生产水平,仅作为某种产品生产过程的中间工序技术来应用,象干法缠绕压力容器、特种制品部件等都采用纤维预浸渍胶带来制作。

高质量的预浸胶带是通过高精密的成型设备,实施较佳的工艺控制来实现的。影响预浸渍胶带性能的因素很多,但要使每一个工艺因素都满足纤维

与基体性能充分发挥这一要求,并且使各因素之间匹配,最佳控制是很困难的。因某些工艺参数之间是相互矛盾或相互排斥的,象浸渍张力与含胶量,选取张力的最佳值,能获得纤维发挥的最佳性能,但含胶量最佳的要求就难以满足。为此只能牺牲某些因素的最佳点来平衡各种工艺因素,以获得最佳的“取一舍”工艺范围。

对预浸渍胶带的主要质量要求是树脂基体含量适宜、均匀、稳定;纤维彼此平行,无歪斜和纱束重叠,保证纤维方向准确;预浸胶带表面平整,厚度、宽度尺寸一致;表面无缝隙及其它缺陷;另外物理性能如树脂流动性、粘着性、凝胶时间等应符合要求。根

收稿日期:1999 - 12 - 10;修回日期:2000 - 03 - 13

杨建奎,1951 年出生,研究员,主要从事芳纶/环氧复合材料的工艺及应用研究工作

据上述预浸胶带的性能质量要求,工艺试验重点研究了影响预浸胶带基体含量的因素和最终控制范围;研究了保证胶带外观质量的方法;研究了与物理性能有关的工艺参数。

## 2 实验

### 2.1 材料

树脂配方为我所研制的 RE04 配方和 RE14 配方;纤维为 F-12 纤维,强度 4.2 GPa,模量 130 GPa,延伸率 3.5%,密度 1.44 g/cm<sup>3</sup>,纤度 600 tex。

### 2.2 设备

Fc-1 型小浸胶机,我所研制试验设备;BH146 多功能浸胶机,北京航空航天大学研制。

## 3 结果讨论

### 3.1 树脂含量对容器性能的影响

预浸渍胶带的树脂含量直接影响复合材料的纤维体积分数和性能的转化。研究最佳的基体含量范围并使其均匀、稳定,无疑是工艺研究必须解决的首要问题。

据报道基体体积分数在 35%~45% 时能获得较高的胶带强度,这对缠绕压力容器来说是比较典型的。评价一种缠绕压力容器的性能,是对一定的纤维体积分数而言的。也就是说纤维体积分数对缠绕复合材料容器的各种性能都有直接的影响,因此要获得综合性能高的压力容器,必须精确地控制复合材料的纤维体积分数。研究表明,根据纤维与基体体积分数,结合材料的基本性能,可以用数学的方法来预测其复合材料的单向模量和强度,但预测复合材料层间剪切强度的数学方法还未见报道,因此只有通过实验获得这方面数据(见表 1)。图 1 是从短梁剪切试验中获得的 Kevlar49 与环氧基体的短梁剪切强度与纤维体积分数的关系。

表 1 含胶量对芳纶/RE04 NOL 环短梁剪切强度的影响

Tab.1 Influence of resin content on short beam shear strength of aramid/RE04 NOL composite ring

含胶量/ % (质量分数)	剪切强度/ MPa
33.8	25.7
38.6	26.0
42.4	30.8
53.8	32.8

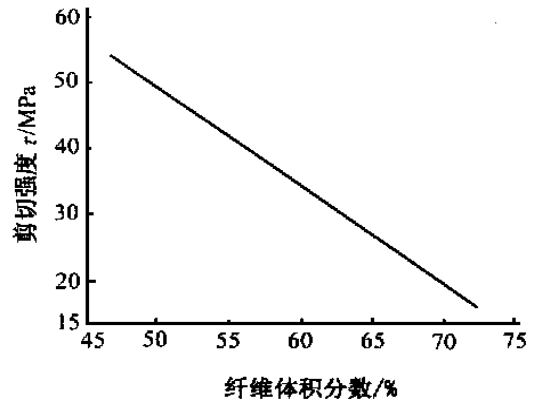


图 1 K49/环氧复合材料短梁剪切强度与纤维体积分数的关系

Fig.1 Relation of short beam shear strength to fiber volume content of Kevlar49/ Epoxy composite

由表 1 和图 1 可以明显看出,芳纶复合材料剪切性能随含胶量的增加而提高,但对 NOL 环单向拉伸性能则不然(见表 2)。

表 2 树脂含量对 NOL 环拉伸强度的影响

Tab.2 Influence of resin content on tensile strength of NOL ring

树脂含量/ % (质量分数)	NOL 环拉伸强度/ MPa
36	1 302
40	1 146
46	876

由表 2 的试验结果可以看出,随着含胶量提高,NOL 环拉伸强度明显降低。拉伸强度低的原因与纤维体积分数直接有关。通过以上研究发现以提高含胶量追求高的层间剪切强度必然要以损失复合材料拉伸强度为代价,拉伸强度与剪切强度构成一对矛盾体,只能以综合平衡容器结构和性能来确定含胶量范围,并通过改善基体纤维间界面的粘接性能来提高复合材料的剪切强度,以提高纤维在复合材料中的强度转化率。

对于纤维缠绕发动机壳体这种高压容器,往往必须满足一些设定的条件,才能获得壳体的高性能。这些数据可以用数学的方式按网格理论来计算,但距工程实践有一定的距离。从  $PV/W_C$ (容器特性系数)可以看出,在容积  $V$  一定时,提高压力  $P$  值或降

低质量  $W_C$  值都能获得高的容器效率。提高  $P$  值的因素很多,象提高含胶量到一定范围内可使纤维强度充分发挥,但却增加了  $W_C$  数量值。降低含胶量后,尽管减轻了  $W_C$  的数量,但纤维强度的发挥受到影响。对于缠绕压力容器的耐压强度,除受材料本身的性能和各自占有的体积分数的影响外,象纤维断裂、微观屈曲、脱层、纤维/树脂不粘、气孔、树脂龟裂和裂纹扩展等因素,都会使复合材料压力容器的耐压破坏进一步地复杂化。虽然这些宏观现象与破坏机理有关,但问题复杂到这种程度,是难以用某

种理论公式或者某种单一的因素来解答的。可见耐压容器的强度与许多微观和宏观的因素有关,并且各种制约条件的矛盾相当突出。发动机壳体树脂含量的最佳范围必须通过实验来获得。国外介绍采用湿法缠绕 F—12 纤维壳体的含胶量必须大于 35% (质量分数),不然导致壳体早期破坏,这一结论的得出是付出相当代价的。为了研究树脂含量对 F—12 压力容器性能的影响,进行多发 150 mm 容器试验,试验结果见表 3。

表 3 树脂含量对 150 mm 容器性能的影响

Tab.3 Influence of resin content on performance of 150 mm winding pressure vessel

基体含量 / % (质量分数)	胶带用量 / g	爆破压力 / MPa	$PV/W_C$ / km	纤维强度转化率 / %	破坏部位
61	432	25.2	23.1	70.67	筒身纵环向
57	393	> 25.0	25.2	> 70.11	金属嘴破坏
55	377	24.6	28.9	68.99	筒身纵破坏
53	360	24.4	26.8	68.43	筒身纵破坏
49	332	24.6	29.1	68.99	筒身纵破坏
47	322	25.6	31.5	71.79	筒身纵破坏
41	288	22.2	31.96	65.06	筒身纵破坏
40	284	23.6	31.91	66.18	筒身纵破坏
39	280	24.0	33.94	67.30	筒身纵破坏
38	277	> 24.0	33.65	> 67.68	金属嘴破坏
37	266	25.0	37.21	70.10	筒身纵环向
36	265	24.6	36.05	69.37	筒身纵环向
36	265	24.2	35.46	68.24	筒身纵环向
33	256	26.0	40.22	72.91	筒身纵环向
33	256	> 24.2	37.43	> 67.86	筒身纵环向

由表 3 的试验结果明显看出,含胶量为 61% 时,  $PV/W_C$  为 23.1 km,纤维转化率达到 70%。含胶量为 33% 时,  $PV/W_C$  为 40.22 km,纤维转化率达到 72%。在纤维强度转化率近似的情况下,含胶量 61% 与 33% 的容器特性系数相差 17.12 km。可见在能充分发挥纤维强度的情况下尽可能地降低树脂含量对容器效率是十分有利的。通过上述研究:F—12 纤维缠绕压力容器树脂含量控制在 32% ~ 38% 之间所获得容器综合性能较好。

### 3.2 影响预浸胶带树脂含量的主要因素

预浸渍胶带质量的一个最主要的指标是树脂含量,要得到树脂含量均匀分布、稳定的预浸胶带是不容易的。除设备和操作工艺因素外,胶液浓度、纤维张力、运行线速度、浸渍时间、胶槽温度、环境条件、导辊系统等因素都直接影响到胶带树脂基体的含量。

#### 3.2.1 胶液浓度对树脂含量的影响

树脂含量随着胶液浓度的变化而变化,胶液浓度的变化受着环境温度、存放时间、溶剂挥发等因素的影响。随着胶液浓度的增大,预浸胶带树脂含量

增加。在试验条件下,采用匀速卷绕法,胶液浓度增大 10%,树脂含量增加 8%~14%。对于 RE04 环氧树脂体系胶液浓度和树脂含量的关系见图 2。

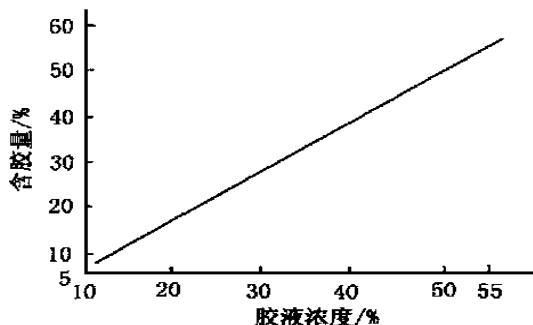


图 2 RE04 胶液浓度与树脂含量的关系  
Fig. 2 Relation between concentration and content of RE04 resin

由图 2 可以看出,随着胶液浓度增大,预浸带的树脂含量直线增加,胶液浓度是控制预浸胶带含胶量的关键指标。要制备不同树脂含量的预浸胶带,在其它工艺条件基本不变的条件下,只要改变胶液浓度即可。

### 3.2.2 环境温度对胶带树脂含量的影响

环境温度对胶带树脂含量的影响表现为胶液浓度随环境温度变化而改变。实验结果表明:胶液密度随温度升高而直线降低,含胶量随胶液密度降低而降低。因此在研制生产预浸带过程中必须严格并随时调整胶液的密度,以保证胶带树脂含量稳定。

溶剂挥发对胶液浓度影响较大,这一现象在胶带生产过程中反映同样突出。胶液放在没有加盖的胶槽中 2 h 后密度变化了 4.5%,含胶量提高了 10%左右(见表 4)。

表 4 F-12 纤维/环氧胶带胶含量随浓度的变化

Tab. 4 Relation of resin concentration to resin content of the F-12 fiber/epoxy prepreg

测试时间	胶液密度 / $\text{g cm}^{-3}$	含胶量 / % (质量分数)
8:20	0.8800	31.2
8:55	0.8890	34.0
9:45	0.9100	37.7
10:30	0.9200	41.3

\*在 17℃ 下测得。

通过分析可知,环境温度从两个方面影响胶带的含胶量:一方面随温度的升高,溶剂蒸发速度加快,胶液浓度增大,树脂含量增大;另一方面,温度升高,胶液密度降低,纤维通过胶液虽然容易被浸透,但带胶量减少,从而使树脂含量降低。其结果既与所使用的溶剂有关也与浸渍时的环境温度有关。

为了保持胶液密度尽可能稳定,必须设法减少溶剂挥发量,增加胶槽容量,减少蒸发面积,采用恒液面装置,设法不断补充新鲜胶液。同时对胶槽采取恒温装置等工艺措施,把因溶剂蒸发和粘度变化引起的胶液密度的波动降到最低限度,以保证带胶含量的稳定。

为此对浸渍槽进行以下工艺改进:(1)增大了胶槽容量并将刮胶装置置于胶槽之中,加长了纤维在胶槽中的浸渍行程;(2)胶槽加盖封闭并采取循环水加热或冷却,使其胶温始终保持在工艺要求的范围内,保持胶液浓度基本不受温度变化的影响;(3)采用虹吸管自流加胶来保证胶槽液面溢流循环,胶液浓度随时可调。通过上述改进措施,控制含胶量变化的效果明显(见表 5)。

表 5 含胶量变化测试

Tab. 5 Resin content variation of prepregs

初测时间	含胶量 / % (质量分数)	终测时间	含胶量 / % (质量分数)	备注
10:00	32.4	14:30	32.9	大浸胶机
9:10	32.1	15:00	31.8	大浸胶机
11:00	24.2	13:40	24.2	小浸胶机
20:10	28.4	22:10	28.8	小浸胶机

### 3.2.3 干纱张力对预浸胶带胶含量的影响

对 F-12 纤维来说,浸渍时必须施以一定的张力,因纤维纱团体积大且质量重(约 4 kg),在不加捻退卷时惯性松弛严重,另外,纤维复丝由六股 100 tex 捻纱合股成粗纱,合股张力不均,退绕过程松弛现象严重,容易乱纱,给工艺带来许多麻烦。

粗纱纤维浸渍,进胶槽前希望张力愈小愈好,使纤维复丝呈松散状态最好,易于浸透。但纤维出胶槽后通过烘干炉进行胶带收卷时要有足够的张力,以使胶带各束纤维呈张紧状态均匀排布在纱盘上。又由于高张力缠绕的需要,胶带收卷应与退卷时张

力基本相同才能保证胶带退绕不变形、凹陷。进胶槽前纤维束张力大,纤维排布不开,浸透性差,胶带树脂含量低,对于捻纤维束尤应减小张力。纤维的特征、缠绕工艺要求、胶带树脂含量的控制对纤维浸渍张力的要求各不相同,增减张力矛盾非常突出。对于浸渍时张力在保证充分浸透纤维、胶含量均匀的情况下,尽量地满足纤维的特征和缠绕工艺要求。最佳的张力状态应是纤维呈直线运行、无松弛现象时给纱团施加的最小张力。纤维浸渍时张力对胶带树脂含量的影响见表6。

表6 胶带树脂含量与纱团张力的关系

Tab.6 Relation of resin content of prepregs to tension of impregnated yarns

张力/N	含胶量/ % (质量分数)	张力/N	含胶量/ % (质量分数)
50	27.5	11	48.4
40	28.5	8	51.1
35	32.8	5	56.8
30	31.7	4	57.7
25	33.0	2	60.4
20	36.1	1	64.0
15	43.6		

由表6的试验数据可以看出,随着纱团张力的增大,含胶量明显降低。单从张力和含胶量的关系来分析,纱团张力控制在20 N~35 N范围内可使胶带含量达到33%~36%之间。但实践证明:在胶带其它性能不受影响的情况下,纱团张力控制在10 N~15 N的范围内比较合适,含胶量则由调节其它工艺因素来控制。

### 3.2.4 纤维运行线速度对胶带树脂含量的影响

就纤维运行速度分析,速度快时,纤维从胶槽中带出多余的胶液来不及倒流回胶槽,预浸胶带胶含量高,反之含量低。由于浸渍纤维的运行线速度受许多因素的制约,如纤维的浸透性、烘干炉长度和温度、树脂“B”阶段反应程度、环境条件、胶带挥发份含量以及胶凝时间等都有关系。仅就含胶量而言,其它因素不变,纤维线速度对胶带树脂含量影响不大。

对于浸渍线速度,应满足其它工艺因素的条件,要随时调整。在胶带其它性能质量不受影响时,可将线速度相对提高,以提高胶带的生产效率。

### 3.2.5 刮胶辊对胶带树脂含量的影响

刮胶辊转动和不动时测得的含胶量高低悬殊相差30%左右。在工艺过程中如将刮胶辊制动,刮胶效果相当明显,但损伤纤维严重。将刮胶辊随动时刮胶有作用,但没有制动效果好。刮胶辊在实际生产中,既起刮胶导出纤维的作用,又具有展平并继续浸润纤维的效能,因此将刮胶辊转动有利于纤维浸渍质量。切忌辊制动,不然含胶量波动范围大难以控制。

### 3.2.6 清洗导辊溶剂用量对胶含量的影响

纤维浸渍树脂经烘干炉处理后,要经过多组导辊卷装到纱盘上。卷装前胶带接触过的导辊必须随时使用丙酮棉擦拭清除除去粘附的树脂,以免随着预浸渍的进行导辊粘附的树脂愈来愈多造成纤维缠辊,影响工艺实施和胶带质量,严重时预浸生产无法进行。在清理时溶剂用量过多,导辊及胶带上的树脂会被溶解流失,使得预浸带局部含胶量过低。若溶剂使用不当,很容易将导辊上的残胶溶后落入胶带,形成胶带局部含胶量过高,这种现象在整个工艺过程中应加注意。最佳的溶剂量是保证导辊不留胶且胶带能连续工作为宜。

### 3.2.7 纤维质量对胶带含胶量的影响

F-12芳纶纤维因复丝粗,纤维起毛严重,股纱加捻这些因素直接影响到树脂的含量。在使用时如出现毛纱现象应及时处理或调整其它工艺参数,以保证胶带树脂含量不受影响。

## 3.3 影响胶带几何形状的因素

预浸渍胶带的几何形状直接影响缠绕压力容器的性能,如果工艺过程处理不当,往往产生纤维弯曲、断裂、排布方向错乱,形成胶带宽度不一,薄厚不等。

### 3.3.1 排纱装置

纤维在进胶槽之前,将复丝纤维按一定要求排列,以保证纤维方向准确、排列整齐并不损伤纤维表面。研究发现排纱、导纱装置材料性能对纤维磨损影响较大(见表7)。

表 7 不同材料的导纱器对芳纶纤维的影响

Tab.7 Influence of delivery roller of different materials on quality of aramid fiber

导纱器	试验设备	现象
陶瓷	H662	纤维起毛、挂丝磨损较严重, 导纱器有棕黄色堆积物
金属	Fc-1	纤维起毛严重、毛刺断、堆积物多, 有被纱腐蚀现象
三氧化二铝	Fc-1	纤维不起毛, 没有断头, 导纱器有少量堆积物
三氧化二铝	缠绕机	纤维无起毛现象, 无断头, 工作进展顺利, 胶带排列整齐规格

通过试验采用三氧化二铝导纱器来代替其它导纱材料纤维损伤较小, 胶带的尺寸特别是胶带的外

观质量得到改进。

### 3.3.2 成带系统

胶带通过烘干炉后进入胶带成型冷却系统, 胶带的几何形状在此阶段基本成型。在沿用玻璃纤维的成型系统时胶带径向扩展不开, 不管何种纤维, 胶带宽度在 2.6 mm~3.0 mm 之间波动。研究时将过去的自重压碾装置改装成波浪式大三辊成带系统, 将纤维胶带在大包角挤压的条件下成带, 结果有所改进但不太理想。在此基础上再进一步改进后效果良好(见图 3)。在浸渍 24 锭玻璃纤维时, 胶带最大宽度可达 5 mm, 改进前后的成带系统对胶带宽度影响见表 8。

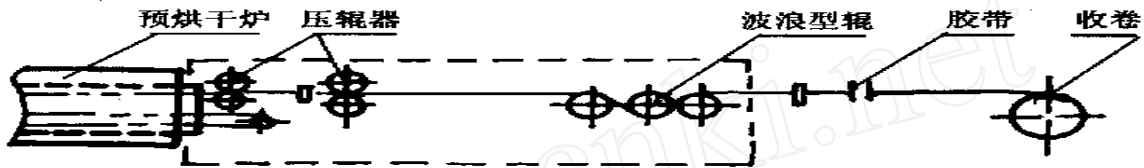


图 3 成带系统示意图

Fig.3 Schematic drawing of a prepreg forming system

表 8 几种成带系统对胶带宽度的影响\*

Tab.8 Influence of tape forming systems on prepreg tape width

纤维	纱团数量 / 团	沿用玻纤成带 / mm	波浪式成带 / mm	改进后成带 / mm
玻纤	24	2.6~3.0	3.0~3.5	3.6~5.0
芳纶	5	2.8~3.0	3.0~3.5	-
K49	3	2.8~3.0	3.0~3.1	3.3~4.0
F-12	1	-	-	3.5~3.8

\* 试验在 Fc-1 小浸胶机上进行。

目前 BH146 多功能浸胶机采用双辊紧压调整胶带宽度效果较好, 但工艺过程遇到接头断纱引起的麻烦较多, 辊轮擦洗清理频率较高。

### 3.3.3 束丝张力的影响

多股纱浸渍时, 由于纤维张力不匀, 松弛部分的宇航材料工艺 2000 年 第 6 期

纤维弯曲、起皱, 这种现象在胶带成型后尤为明显, 因此纤维在浸渍时各束纤维施加的张力一定要均匀、适当。

另外, 设备结构不合理, 象纱锭布局不恰当时, 纤维束彼此交错、加捻。整经辊间距大小不一, 设备运转不平稳, 时快时慢, 抖动现象严重, 预浸胶带长距离悬空, 这些因素对胶带几何形状都有影响。

### 3.4 影响预浸胶带挥发份含量的主要因素

挥发份含量与浸渍速度、烘干炉结构和大小有关, 对缠绕成型后复合材料压力容器性能影响较大。挥发份含量过高, 工艺操作十分不便, 并且复合材料容易在固化阶段挥发份逸出区形成严重气孔, 容器表面气泡严重。挥发份低时对一些基体来说, 局部交联程度高、凝胶时间快、胶带贮存和使用期变短。但对于某些制品件或者工艺上的特殊性, 要求树脂的流动性好, 含有一定的挥发份, 有利于复合材料中树脂均匀分布。因此控制胶带挥发份含量是制备工

艺中的技术关键之一。

### 3.4.1 烘干炉温度与浸渍速度

简单的从挥发份含量高低考虑,控制烘干炉的温度和浸渍速度均能达到要求。图4结果是在试验条件下得出的。从图中曲线可以看出,温度愈高挥发份含量愈低,浸渍速度越快挥发份越高。

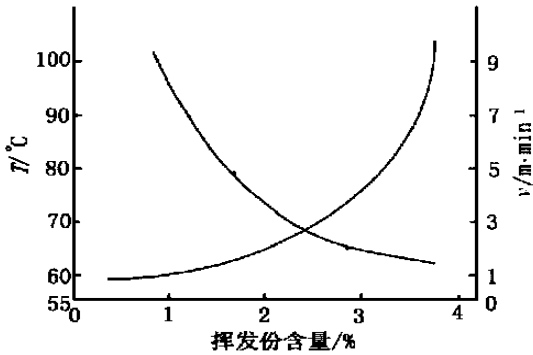


图4 温度、速度对芳纶预浸带中挥发份含量的影响

Fig.4 Influence of temperature and velocity on volatimatter content in the aramid fiber prepreg

在实际生产过程中,烘干炉温度和浸渍速度受树脂配方体系的组份和胶液“B”阶程度约束很大。在浸渍过程中,将烘干炉温度控制在一定范围内,浸渍速度将是一个变量。如浸渍速度一定时,炉温就需要进行调整,这些变量参数的控制范围由胶带的质量来确定。当然,变量参数极端控制,虽能达到挥发份指标要求,但影响基体在浸渍过程中过量反应,使“B”阶化程度高,反之,反应程度低。这种现象会造成最终产品胶凝时间的波动,从而影响产品的质量。对工艺的实施也会带来许多困难,甚至有的工艺参数得重新设置。

### 3.4.2 烘干和胶带存放时间

在温度一定的情况下,随着干燥时间的增长,挥发份含量降低。这一试验是将被浸渍的纤维在走出胶槽后进入烘干炉中走“S”型进行烘干处理,等于将现在的炉长增加了二倍,结果在炉温和浸渍速度不变的情况下,挥发份含量由原来的2.7%降到现在的0.8%左右。降低线速度延长在烘干炉中的时间和增加炉体长度效果基本相同。线速度从8 m/min降低到2.5 m/min也将挥发份含量从2.7%降

低到了0.8%左右。可见改变线速度或者炉体长度,都可以对胶带挥发份含量进行控制。

使用期是预浸带的一个重要指标。复合材料制品在预制阶段,挥发份为零最好,这样产品的孔隙率就会降低。但对于预浸胶带而言,挥发份的含量与胶带的使用寿命是有关的。由于非极性溶剂对“B”阶树脂有一定的阻聚作用,可以减慢基体胶凝的速度,所以胶带中含有一定量的挥发份,可以延长胶带的贮存寿命。但挥发份过高,对整个工艺操作十分不利,并对最终产品的性能和外观质量影响较大,因此必须严格控制挥发份含量。

### 3.4.3 树脂含量

在同一工艺条件下,胶带含胶量高,挥发份亦高,反之亦低。图5是在试验条件下含胶量与挥发份含量的关系曲线。试验在小浸胶机上进行(采用RE04配方,F-12纤维)。纤维经110干燥处理10h,浸渍速度6 m/min。

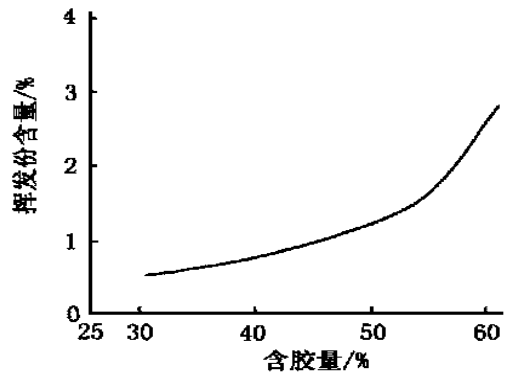


图5 含胶量与挥发份含量的关系

Fig.5 Relation of resin content to volatimatter content

### 3.4.4 纤维水分含量

芳纶纤维的吸水性较强,干燥过的纤维在湿度为70%、室温21的条件下放置30 min后基本上吸湿达到平衡,此时测得水分含量约1%。如果在浸渍前不进行纤维干燥处理,所测得的预浸胶带挥发份含量中水分含量大约为1%。可见纤维水分含量对胶带挥发份会带来明显的影响。另外,纤维的水分含量对复合材料性能影响也是比较明显的。据报

道采用同一树脂基体的条件下吸水后的芳纶纤维比干燥过的纤维制成的复合材料横向弯曲强度低 16%。另外,水分与环氧基反应能降低复合材料的机械性能,特别是层间剪切强度。因此为了保证工艺的实施质量和产品性能,对于芳纶纤维,浸渍前必须在 110 °C 下进行干燥处理,将纤维的水分含量控制在 0.5% 以下。

### 3.4.5 环境条件

环境条件指的是湿度、温度和环境的清洁度。如果这些因素控制不严格,会严重影响预浸胶带的性能,特别是挥发份。根据经验一般环境温度控制在 18 ~ 25 °C 的范围内为宜。

预浸胶带有一定的吸湿能力。空气相对湿度在 50% 以上时环氧胶吸收水分的能力为胶质量的 0.5% ~ 1.0%。在工艺实施过程中如果遇到环境湿度大,在溶剂挥发的同时,表面温度降低,容易达到空气露点温度,于是形成水珠,在胶辊、胶槽外均有此种现象,从而增大挥发份含量,同时也给工艺过程带来困难。另外,过量吸收空气中的水分后,会改变树脂的固化特征,加速树脂的自固化进程,影响胶带的有效适用期。因此,我们的经验是浸渍环境相对湿度应控制在 65% 以下。

不洁的浸渍环境虽然对胶带挥发份影响不大,但会使预浸渍胶带表面附有灰尘和外来杂质,这些外来物在某种程度上起着脱模剂的作用,影响复合材料的力学性能。较大体积的尘粒会影响材料界面性能,所以浸渍环境进行适当的除尘处理很有必要。

### 3.5 影响胶带质量的其它因素

#### 3.5.1 纤维因素

预浸胶带除了对纤维的力学性能要求外,工艺性能对纤维的要求尤高,主要表现为:(1)纤维无断头、毛团、缺陷;(2)合股复丝的合股张力基本均匀;(3)足够的连续长度,纱团质量基本相同,纤维力学性能基本在同一范围之内;(4)纤维复丝扩展性好。

#### 3.5.2 胶液配制

干法缠绕对树脂“B”阶段要求很严格,“B”阶段程度高低,直接影响到浸渍工艺过程实施和胶带性能,配胶工艺要严格控制。

#### 3.5.3 设备精度高

对于预浸渍设备的精度和功能控制要求较高,不能粗制滥造。对于高质量、高性能的产品,只有靠高精度的设备来实现,靠先进的工艺来保证。工艺过程微机控制,大大地减少了手工操作的误差,保证了胶带的质量纤维排向准确,协调了纤维强度和部件的载荷要求;预浸带长度的连续,可满足大的缠绕制品对预浸带的要求。研究预浸胶带制备工艺,优化工艺条件,确定最佳工艺参数,高精度的设备是必须保证的条件。

### 3.6 预浸渍工艺参数和胶带性能

在上述试验研究的基础上,对影响胶带质量的诸多因素进行了控制,采用 RE04 和 RE14 配方浸渍 F-12 纤维,在 Fc-1 小浸胶机和 BH146 多功能浸胶机上制备的预浸胶带的主要性能和主要生产工艺参数见表 9。所制做的 150 mm 压力容器的性能见表 10。

表 9 主要工艺参数和预浸胶带性能

Tab. 9 Main processing parameters and properties of prepreps

体系	工艺参数								胶带性能					
	胶液密度 /g cm <sup>-3</sup>	纤维处 理条件	退纱张 力/N	胶槽 状态	浸渍线速度 /m min <sup>-1</sup>	压辊质 量/g	炉温 / °C	收卷张 力/N	长度 /mm	宽度 /mm	外观	树脂含 量/%	挥发份 /%	胶带强 力/N
F-12 /RE04	0.8700 ~	110 °C 下		连续	6 ~ 10		130 ± 5							
F-12 /RE14	0.8900	保温 6 h	5 ~ 15	加胶	7 ~ 10 <sup>*</sup>	2 000	135 ± 5 <sup>*</sup>	25	按要 求	3.2 ~ 3.6	良	30 ~ 36	0.5 ~ 1.5	1 400 ~ 1 600
					8 ~ 10 <sup>*</sup>		130 ± 5 <sup>*</sup>							

\* 为 BH146 多功能浸胶机的工艺参数,其余为 Fc-1 小浸胶机的工艺参数。



表 10 两种预浸胶带缠绕的 150 mm 容器性能

Tab. 10 Comparison of properties of 150 mm winding pressure vessels wound with two kind of prepregs

试样	F-12/RE04		F-12/RE14	
	$\frac{FV}{W_C} / \text{km}$	$K^* / \%$	$\frac{FV}{W_C} / \text{km}$	$K^* / \%$
1	38.96	70.00	36.60	71.01
2	39.15	70.28	39.10	72.47
3	36.34	70.00	36.60	70.00
4	36.20	70.00	38.90	72.47
5	36.34	70.00	38.90	72.47
6	-	-	33.80	70.00
$\bar{x}$	37.04	70.06	36.90	71.16
S	1.19	1.91	1.93	1.11
C <sub>v</sub> / %	3.2	2.7	5.2	1.6

\* K 为纤维强度转化率。

#### 4 结论

用 RE04、RE14 配方浸渍 F-12 纤维制做预浸胶带时,控制胶液密度和纱团张力是控制含胶量的主要因素。烘干炉温度、浸渍速度、原材料特性和环境条件决定着预浸胶带的挥发份含量。胶带几何尺寸、表观状态与纱团张力、扩展压辊、纤维状态密切相关。只要严格控制上述因素,F-12 纤维采用低张力浸渍环氧基体,恒速恒张制做的预浸渍胶带就能满足压力容器制造工艺要求。

#### 参考文献

- 1 Richard R Zeits. Filament winding precision resin impregnation system. AD/ A075279,1979:10~27
- 2 KEHR PLASTICANLAGEN AG. Plant for the Production of Prepreg Tape Using the Hot-melt Process. 1983:3~15

## 双面厚膜混合集成工艺

本课题研究利用双面厚膜混合集成工艺取代分立元件的立体封装工艺,以满足运载火箭上电子设备小型化、轻量化和高可靠的要求。厚膜混合集成电路是以丝网印烧工艺为基础,在绝缘基片上印制导体、焊区、无源元件,再装以半导体有源器件及有特殊要求的无源元件所形成的具有一定功能的组件。该电路生产设备简单,研制周期短,元件参数范围广,对外贴元器件的类型没有限制,适用多种焊接工艺,设计组装灵活,兼备半导体电路和分立元件的优点。

本成果采用双面厚膜混合集成工艺,有效地解决了外贴元件多、尺寸大与装配表面小的矛盾。本工艺采用双面布局设计,在基片两面印烧电路,以光刻定位打孔,保证了双面厚膜电路的印制对准精度。充分利用基片的表面积,与单面厚膜电路相比,平面集成度增加一倍,外贴元器件的装配面积扩大一倍,焊点减少近半,提高了可靠性,是促进运载火箭上电子设备小型化的有效途径。

导体材料选择方阻低(0.01~0.05 $\Omega$ ),与陶瓷基片附着良好,易与电阻材料兼容,有一定抗离子迁移能力和抗锡熔能力的钯银导体材料。与 Sn-Pb 等焊料有较好焊接特性,价格适中。选用钎酸盐电阻材料,其方阻范围宽,工作电压高,承受功率大,稳定性好,工艺性好,对烧结因素变化不敏感。基片材料选用国产 96<sup>#</sup> 细晶不磨瓷基片。它具有较好的力学、热学和电学性能。可直接用于印烧厚膜电路。工艺简单,成本低。

本成果掌握了厚膜浆料配方和调配工艺;厚膜电路的非接触印刷法;采用单槽炉在大气中烧结工艺;电路的聚氨酯泡沫塑料灌封工艺。

· 李连清 ·