

# 改性羰基铁粉/硅橡胶材料的制备及其力学性能

刘 军 冯永宝 丘 泰

(南京工业大学材料科学与工程学院,南京 210009)

**文 摘** 以微米级改性羰基铁粉为填充剂,甲基乙烯基硅橡胶为基体,制备了高温硫化的羰基铁粉/硅橡胶复合材料。研究了偶联剂种类、用量及羰基铁粉填充量对复合材料力学性能的影响,利用扫描电镜对硫化胶断面的微观结构进行了观察。结果表明,采用硅烷偶联剂 KH570、KH151 改性羰基铁粉都能提高复合材料的拉伸强度,其中 KH151 的改性效果要优于 KH570;KH151 的最佳用量为羰基铁粉质量的 1%;在一定范围内随着改性羰基铁粉体积分数的增加,复合材料的拉伸强度增大。羰基铁粉体积分数超过 60% 后,混炼困难。

**关键词** 改性,羰基铁粉,硅橡胶,力学性能

## Preparation and Mechanical Properties of Modified Carbonyl Iron Powder/Silicone Rubber Composite

Liu Jun Feng Yongbao Qiu Tai

(College of Materials Science and Engineering, Nanjing University of Technology, Nanjing 210009)

**Abstract** HTV methyl vinyl silicone rubber composite filled with micron-sized modified carbonyl iron powder was prepared. Effects of coupling agent type and coupling agent dosage on the mechanical properties of composite were studied. On this basis, effects of carbonyl iron powder's amount on the mechanical properties of composite were investigated. The microstructure of vulcanized rubber was analyzed with SEM. The results indicate that modification of carbonyl iron powder by using both coupling agents KH570 and KH151 can increase the tensile strength of composites, but the modification effect of KH151 on carbonyl iron powder is better than that of KH570. The optimum dosage of KH151 is 1% of carbonyl iron powder's amount. In a certain range, the tensile strength of composite increases with increasing volume fraction of modified carbonyl iron powder. It is difficult to mix on the mill when the volume fraction of modified carbonyl iron powder is more than 60%.

**Key words** Modification, Carbonyl iron powder, Silicone rubber, Mechanical properties

### 0 引言

随着各种现代电子设备如无线电广播、电视、手机等快速普及,由此产生的电磁污染大幅增加。因此,对电磁屏蔽和吸波材料的需求与日俱增<sup>[1]</sup>。橡胶基材微波吸收贴片除了具有优良的吸收性能外,同时还具有柔软、质轻、弹性好、可以任意弯曲、剪裁、使用方便等优点,受到很多研究人员的关注<sup>[2-3]</sup>。微波吸收贴片在应用时会因受力而变形,新型吸波复合材料在保持优良吸波性能的同时,需要有较好的力学性能。硅橡胶具有优异的耐老化性能、电绝缘性能、抗臭氧、耐候性及热氧化稳定性极佳<sup>[4]</sup>。由于纯硅橡胶的力学性能不好,一般用添加填料(主要是白炭

黑)的方法提高其自身强度。羰基铁粉的居里温度高,温度稳定性好,在磁性材料中,它的饱和磁化强度最高,微波磁导率和介电常数高,所以被广泛应用于屏蔽和吸波材料领域<sup>[5]</sup>,同时采用羰基铁粉作为填充剂,可以提高材料的力学性能。本文以甲基乙烯基硅橡胶为基体,羰基铁粉(1-5  $\mu\text{m}$ )为吸收剂,研究了偶联剂种类、用量以及羰基铁粉添加量对复合材料力学性能的影响。

### 1 实验

#### 1.1 主要原材料

甲基乙烯基硅橡胶 110-2, 乙烯基含量为 0.16wt%, 南京东爵精细化工有限公司;羰基铁粉,粒

收稿日期:2010-09-28;修回日期:2010-11-09

作者简介:刘军,1985 年出生,硕士研究生,主要研究微波功能材料。E-mail:liujun198507@yahoo.cn

径为 1–5  $\mu\text{m}$ , 江苏天一超细金属粉末有限公司; 硫化剂双 2,5 (DMDBH), 上海方锐达化学品有限公司; 硅烷偶联剂 KH151、KH570, 南京翔智飞精细化工有限公司。

## 1.2 复合材料制备

按配方称取羰基铁粉和偶联剂, 倒入搅拌器中搅拌 5 min; 在双辊混炼机上依次加入硅橡胶、改性羰基铁粉、硫化剂, 混炼 20 min, 冷却。在 25 t 电热平板硫化机上进行硫化, 硫化温度 170 $^{\circ}\text{C}$ , 压力 10 MPa, 硫化时间 15 min。

## 1.3 性能测试与结构表征

硫化胶的拉伸和撕裂强度分别按照 GB/T528—1998 和 GB/T 529—1999 在电子拉力机上测定, 试样分别为哑铃形和直角形, 拉伸速率为 500 mm/min; 硫化胶的邵尔 A 硬度按照 GB/T 531—1999 标准使用邵尔硬度计进行测定; 采用 JSM-5900 SEM 分析样品的液氮脆断断面的形貌; 将羰基铁粉用溴化钾压片法制样, 用 Nexus 670 FTIR 分析试样。

## 2 结果与讨论

### 2.1 羰基铁粉表面的红外表征

从图 1 中可以看出: 3 434  $\text{cm}^{-1}$  处有较宽的吸收峰, 为水和羟基的伸缩振动吸收; 1 633  $\text{cm}^{-1}$  处为物理吸附水的红外吸收, 羰基铁粉比表面积大, 吸附能力强, 大量的物理吸附水产生强的 1 633  $\text{cm}^{-1}$  吸收峰; 1 444  $\text{cm}^{-1}$  处为配位羟基的弯曲振动吸收。配位羟基的存在利于对羰基铁粉的表面改性。

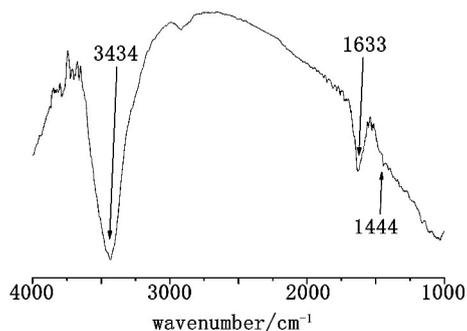


图 1 羰基铁粉的红外光谱图

Fig.1 IR spectra of carbonyl iron powder

### 2.2 偶联剂种类对复合材料力学性能的影响

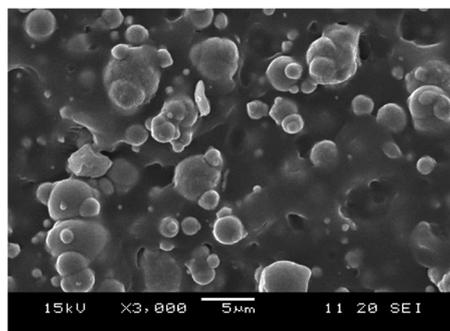
羰基铁粉与硅橡胶的相容性差, 往往导致橡胶制品的加工和力学性能等受到不良影响<sup>[6]</sup>。硅烷类偶联剂可把无机物和聚合物分子连接起来。偶联剂 KH570、KH151 对复合材料力学性能的影响见表 1。采用 KH151 处理羰基铁粉后, 复合材料的拉伸强度提高了 86.78%; 采用 KH570 处理羰基铁粉后, 复合材料的拉伸强度提高幅度不大。为了分析偶联剂对羰基铁粉/硅橡胶力学性能的影响, 利用 SEM 研究了羰基铁粉在基体硅橡胶中的分散状况。

表 1 硅烷偶联剂种类对复合材料力学性能的影响

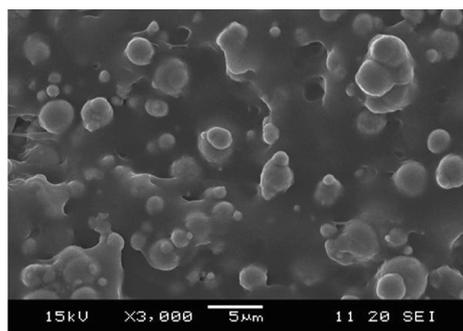
Tab.1 Effects of silane coupling agent's types on mechanical properties of composite

偶联剂种类	扯断伸长率/%	拉伸强度/MPa	邵尔 A 硬度
未改性	142	1.74	49.5
KH570	81.1	2.13	63.7
KH151	143	3.25	49.8

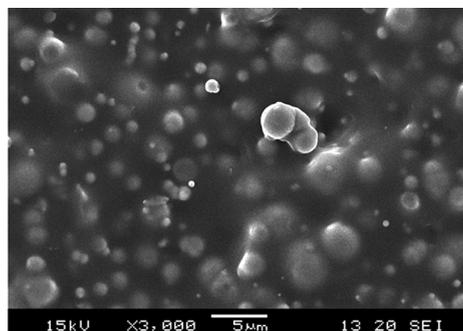
图 2 为羰基铁粉体积分数为 40% 时, 采用不同种类偶联剂处理的复合材料扫描电镜图。从图 2(a) 可以看出, 未处理的羰基铁粉和硅橡胶基体之间的界面相容性不好, 有明显的粉体拔出现象。图 2(b) 中, 羰基铁粉和基体的界面相容性较差, 仍有比较明显的粉体拔出现象。图 2(c) 中, 羰基铁粉均匀地分散在基体中, 羰基铁粉和硅橡胶基体界面相容性好, 无粉体拔出效应, 粉和基体的结合能力强, 所以采用 KH151 处理羰基铁粉后, 复合材料的拉伸强度大幅提升。



(a) 未处理



(b) KH570 处理



(c) KH151 处理

图 2 采用不同种类偶联剂处理的复合材料扫描电镜图  
Fig.2 SEM images of composite filled with carbonyl iron powder treated by different coupling agent

微波吸收贴片在应用时主要受到来自热变形产生拉应力<sup>[5]</sup>,所以本文着重于获得拉伸强度高的复合材料。KH151 处理过的羰基铁粉与硅橡胶基体具有很好的相容性,并且制得的复合材料具有相对较高的拉伸强度,所以 KH151 是适合制备羰基铁粉/硅橡胶复合材料的偶联剂。

### 2.3 偶联剂用量对复合材料力学性能的影响

表 2 为不同 KH151 用量对复合材料力学性能的影响。可以看出,随着偶联剂用量的增加,复合材料的拉伸强度先增加后减小,当偶联剂用量为羰基铁粉的 1wt% 时,复合材料的拉伸强度最大,达 3.34 MPa。这是因为偶联剂用量不足时,粉体表面包覆不完全;但偶联剂用量过多时,偶联剂之间易发生交联,也影响改性剂与粉体之间的相互作用<sup>[7]</sup>。

表 2 KH151 用量对复合材料力学性能的影响

Tab.2 Effect of KH151's amounts on mechanical properties of composite

偶联剂用量/wt%	扯断伸长率/%	拉伸强度/MPa	邵尔 A 硬度
0.5	143	3.15	52.6
1.0	141	3.34	51.8
2.0	143	3.25	49.8
4.0	155	2.67	48.4
6.0	176	2.20	46.0

### 2.4 羰基铁粉用量对复合材料力学性能的影响

表 3 是羰基铁粉的添加量对复合材料拉伸强度、扯断伸长率和邵尔 A 硬度的影响。

表 3 羰基铁粉添加量对复合材料力学性能的影响

Tab.3 Effect of carbonyl iron powder's amounts on mechanical properties of composite

羰基铁粉用量/vol%	扯断伸长率/%	拉伸强度/MPa	邵尔 A 硬度
0	78.8	0.24	20.8
20	201	1.28	32.1
30	210	1.70	41.7
40	196	2.65	53.5
50	190	3.58	65.3
60	109	3.78	87.1

由表 3 可知,未添加羰基铁粉的复合材料的拉伸强度和邵尔 A 硬度都很低,拉伸强度只有 0.24 MPa,

扯断伸长率为 78.8%,表现出较好的柔韧性,这主要是因为聚硅氧烷分子链上的硅原子与相连接的两个氧原子间的化学键具有较好的柔性<sup>[8]</sup>。添加了羰基铁粉后,硅橡胶的拉伸强度提高。当羰基铁粉的体积分数为 60% 时,复合材料的拉伸强度达到 3.78 MPa,是纯硅橡胶强度的 16 倍。但继续增加羰基铁粉用量,混炼困难。

### 3 结论

(1)采用 KH151 改性羰基铁粉后,复合材料的拉伸强度比不加偶联剂时提高了 86.78%;采用 KH570 处理羰基铁粉后,复合材料的拉伸强度也有了一定提高,但幅度不大。

(2)随着偶联剂用量的增加,复合材料的拉伸强度先增加后减小,KH151 的最佳用量为羰基铁粉的 1wt%。

(3)在一定范围内,随着改性羰基铁粉填充量的增加,材料的拉伸强度增加。羰基铁粉体积分超过 60% 后,混炼困难。

### 参考文献

- [1] 龚春红,姚莉,张玉,等.超细镍粉复合材料的微波电磁特性研究[J].化学研究,2009,20(3):83-87
- [2] Amano M, Kotsuka Y. A method of effective use of ferrite for microwave absorber [J]. IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 2003, 51(1): 238-245
- [3] 李淑环,邹华,张立群,等.磁性填料/硅橡胶吸波复合材料的性能研究[J].特种橡胶制品,2009,30(1):19-23
- [4] 关志成.硅橡胶材料在电力设备外绝缘上的应用[J].环境技术,1994(4):28-31
- [5] Feng Yongbao, Qiu Tai, Zhang Jun, et al. Effects of silane coupling agent on microstructure and mechanical properties of ePDMP carbonyl iron microwave absorbing patch [J]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., 2006, 21(4): 78-82
- [6] 谢丽丽,邹华,张立群,等.镀镍石墨/甲基乙烯基硅橡胶导电复合材料的制备与性能[J].合成橡胶工业,2008,31(2):140-144
- [7] 马书蕊,施利毅,冯欣,等. KH-570 对纳米氧化锌表面接枝改性研究[J].材料导报,网络版,2007(1):52-55
- [8] 范汝良,张勇,张隐西,等.交联键类型对未填充 NR 硫化胶动态力学性能的影响[J].高分子材料科学与工程,2002,18(1):83-86

(编辑 吴坚)