

# 分散剂对玻璃纤维浆料分散性的影响

陈清<sup>1</sup> 陈照峰<sup>1</sup> 李承东<sup>1</sup> 陈兴开<sup>2</sup> 周介明<sup>2</sup>

(1 南京航空航天大学材料科学与技术学院,南京 210016)

(2 苏州维艾普新材料有限公司,太仓 215400)

**文 摘** 研究了切棉方式、玻璃纤维长度、分散剂种类和含量对玻璃纤维浆料分散性的影响。结果表明:切棉后的浆料分散程度明显高于未切棉的;浆料中所含纤维成团所占面积百分数由 72.6% 降到 2.4%。长方形棉块经打浆后形成的浆料纤维较正方形的更为分散。玻璃纤维越长则越难分散,适宜的纤维分散长度为 10~12 mm。浆料所含纤维为 0.2wt% 时,羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、六偏磷酸钠的最佳加入量分别为 0.008wt%、0.012wt% 和 0.04wt%,所对应的浆料吸光度分别为 0.344、0.703 和 0.663 A。沉降实验显示添加六偏磷酸钠的浆料分散性最好,浆料沉降高度最低、沉降速率最慢,羟丙基甲基纤维素次之,羟乙基纤维素最差。

**关键词** 分散剂,切棉,玻璃纤维,浆料,分散性

中图分类号:TB321

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2014.02.006

## Effect of Dispersant on Dispersion of Glass Fiber Suspension

CHEN Qing<sup>1</sup> CHEN Zhaofeng<sup>1</sup> LI Chengdong<sup>1</sup> CHEN Xingkai<sup>2</sup> ZHOU Jieming<sup>2</sup>

(1 College of Material Science & Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016)

(2 Suzhou V. I. P. New Material Co., Ltd, Taicang 215400)

**Abstract** The effect of the way of cut fiber, glass fiber length, the type and amount of dispersants on dispersion of glass fiber suspension was investigated. The results showed that the dispersion degree of glass fiber after cutting is significantly higher than that of glass fiber before cutting. The percentages of fiber mass area in the suspension before and after cutting are 72.6% and 2.4%, respectively. The dispersion of rectangular cotton-block after beating is better than that of the square cotton-block. The longer glass-fiber length or the higher reunite phenomenon, the more difficult dispersion of the glass fiber suspension. The appropriate length of glass fiber, about 10~12 mm, is helpful to the dispersion of the suspension. When the mass fraction of the suspension is up to 0.2%, the optimum addition amounts of hydroxyethyl cellulose, hydroxypropyl methyl cellulose and sodium hexametaphosphate are 0.008%, 0.012% and 0.04%, respectively. Correspondingly, the absorbances of glass fiber suspension under the optimal mass fraction of three types of dispersants are 0.344, 0.703 and 0.663 A, respectively. The sedimentation experiment showed that the glass fiber suspension added the sodium hexametaphosphate had the best dispersion, the minimum suspension sedimentation height and the slowest sedimentation rate. The dispersion of the glass fiber suspension added hydroxypropyl methyl cellulose is better than that of the glass fiber suspension added hydroxyethyl cellulose.

**Key words** Dispersant, Cutting cotton, Glass fiber, Suspension, Dispersion

### 0 引言

真空绝热板是一种新型、高效节能的保温绝热材料<sup>[1]</sup>,是航空、航天等高端领域节能、环保、降噪的关

键材料,有重要的军事和经济价值。

无机材料芯材是真空绝热板中的支撑体,是决定真空绝热板性能的核心结构。美国 NASA、Brown

收稿日期:2014-01-24

作者简介:陈清,1988 年出生,硕士,主要从事保温绝热材料的研究工作。E-mail:chenqingbla@163.com

Boverie、陶氏公司和 ICI 相继提出并设计了气相 SiO<sub>2</sub>、粉末夹杂纤维、开孔聚苯乙烯和聚氨酯泡沫为芯材的真空绝热板<sup>[2-3]</sup>。目前,湿法芯材采用离心超细玻璃纤维作为原料,经过打浆、配浆,形成一定浓度的玻璃纤维悬浮液,再通过脱水、成型、裁切、烘干等工艺生产而制得,该玻璃纤维芯材具有超薄、低密度、隔热性能优良和高的热稳定性特点,具有广阔的应用前景<sup>[4]</sup>。由于玻璃纤维长径比较大、纤维表面粗糙且疏水性大,纤维间的范德华力<sup>[5]</sup>会使玻璃纤维在水溶液中彼此之间相互勾结成团,出现絮聚、团聚现象,从而降低了浆料的分散稳定性,影响了成型后芯材的绝热性能。

影响玻璃纤维浆料分散性的因素包括纤维长度、分散剂种类与含量、pH、Zeta 电位等<sup>[6]</sup>。目前针对真空绝热板芯材浆料的分散性研究则非常少。分散剂能降低浆料体系中纤维之间聚集的现象,肖仙英等<sup>[7]</sup>在玻璃纤维水溶液中加入表面活性剂 PEO 来改善纤维在水中的分散状况。王闯等<sup>[8]</sup>研究了羧甲基纤维素钠(CMC)、甲基纤维素(MC)和羟乙基纤维素(HEC)等分散剂对短碳纤维在水溶液中分散性的影响,张志成等<sup>[9]</sup>对涤纶短纤维的长径比及其分布进行了研究,显示纤维直径越小其长径比越大。Dodson<sup>[10]</sup>对纤维浆料中出现的絮聚现象进行了研究。

本文针对玻璃纤维芯材的湿法工艺中纤维难分散、易团聚的问题,研究了分散剂对经过切棉处理的玻璃纤维浆料分散性的影响以及玻璃纤维浆料分散性的机理。

## 1 实验

### 1.1 原材料

玻璃纤维为苏州维艾普新材料有限公司提供的离心玻璃棉。分散剂分别为 HEC(非离子型表面活性剂,淡黄色粉末状颗粒,山东赫达股份有限公司)、羟丙基甲基纤维素(HPMC,水溶性有机高分子,类白色粉末状颗粒,山东赫达股份有限公司)和六偏磷酸钠(SHP,阴离子表面活性剂,白色颗粒,北京康普汇维科技有限公司)。

### 1.2 主要仪器设备

精密电子天平:XY 系列,常州市幸运电子设备有限公司;纤维标准解离器:GBJ-A 型,长春市月明小型试验机有限责任公司;紫外分光光度计:UV-1800,日本岛津公司;扫描电子显微镜,JEOL JSM-6360。

### 1.3 实验过程

#### 1.3.1 切棉实验

切棉工艺按照 GB/T 16257—2008 测试玻璃纤维的平均长度为 40 mm,GB/T 7690.5—2013 测试玻璃

纤维的平均直径为 1.5~6.5 μm<sup>[11]</sup>。使用天平称取 2 g 玻璃纤维棉整理成 80 mm×80 mm 的棉块,按玻璃纤维平均长度的倍数对玻璃棉块进行横向和纵向的切割。切棉后,将玻璃棉加入到 1 L 蒸馏水中,倒入纤维标准解离器中,以 2 890 r/min 的转速打浆 20 s,配制成 0.2wt% 的浆料。将样品倒入玻璃皿中观察纤维分散性,计算玻璃皿中纤维成团所占的面积百分数。取最佳切棉方式组的浆料进行纤维长度的测量。切棉前、后样品均测试 50 组纤维的长度。计算长径比,得到纤维分散与长径比之间的关系。

#### 1.3.2 吸光度实验

用蒸馏水调零紫外分光光度计,然后将切棉实验得到高度分散的纤维浆料,移入比色皿中,测试玻璃纤维悬浮液具有最大吸收峰的波长为 968 nm。在该吸收峰下,将添加 3 种不同分散剂的样品置于比色皿中,静置 5 min 后测试上层清液的吸光度,以指定时间内吸光度 A 值表征不同条件下悬浮液的稳定性。其中,分散剂的加入量分别为浆料质量的 0.004%、0.008%、0.012%、0.02%、0.03%、0.04%、0.06%、0.08% 和 0.1%,使用 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 和 NaOH 化学纯试剂调配浆料 pH 至 3.5,进行吸光度测试。实验用水为一次蒸馏水。

#### 1.3.3 沉降时间测试方法

取吸光度实验得到的不同分散剂最优含量制备玻璃纤维悬浮液,搅拌后将悬浮液置于 300 mL 玻璃烧杯中进行自由沉降。每隔一段时间读取样品沉降高度,测定其沉降高度与时间的关系,得到样品沉降速率。

## 2 结果与讨论

图 1 为玻璃纤维显微照片,可看出,玻璃纤维之间相互交叠、相互聚集缠绕在一起。

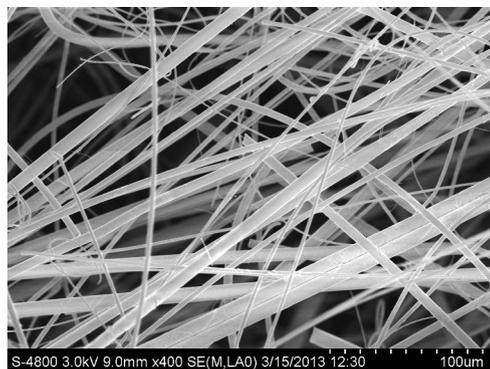


图 1 玻璃纤维显微照片

Fig. 1 SEM micrographs of glass fibers

### 2.1 切棉对分散性影响结果

表 1 中样品(a)~(f)的规格为 80 mm×80 mm 的玻璃棉块经过不同切棉方式所得的小棉块尺寸。不同切棉方式得到的玻璃纤维其纤维长度也不同,进

而影响玻璃纤维的长径比。计算玻璃皿中纤维成团所占面积百分数。样品(a)~(f),纤维成团所占面积百分数由72.6%降低到2.4%,切棉后的浆料分散程度明显高于未切棉的。

表1 不同切棉方式对纤维块状面积的影响

Tab.1 Effect of different cutting ways on the fiber mass area

| sample | fiber block size/mm | fiber mass area/% |
|--------|---------------------|-------------------|
| a      | 80×80               | 72.6              |
| b      | 40×80               | 52.7              |
| c      | 20×40               | 14.9              |
| d      | 20×20               | 16.2              |
| e      | 10×20               | 2.4               |
| f      | 10×10               | 4.7               |

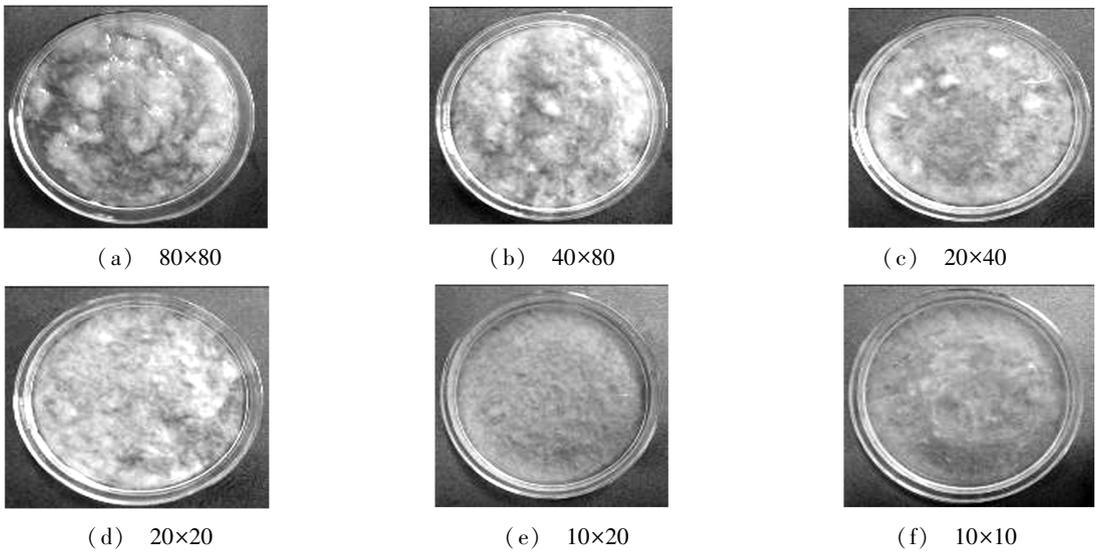


图2 不同棉块尺寸对玻璃纤维浆料的分散效果

Fig.2 Effect of different fiber-block sizes on glass-fiber suspension

## 2.2 玻璃纤维长径比对分散性影响

将样品(e)配制的均匀分散的浆料进行纤维长度的测量,测量得到均匀分散的浆料中纤维平均长度为10~12 mm。计算切棉前后纤维的长径比,结果见图3。

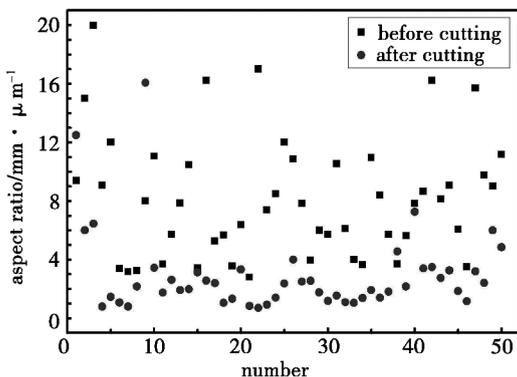


图3 切棉前后纤维长径比对比图

Fig.3 Diagram of aspect ratio of fiber before and after cutting

图2为不同切棉方式所对应的浆料分散效果图。图2(a)显示纤维之间团聚成块状,分散程度很差;图2(d)~(f)试样较图2(b)、(c)试样浆料中纤维显得更为分散,纤维团块所占面积比降低;图(e)、(f)试样浆料悬浮液的分散性良好,细小纤维含量增多,无明显絮聚纤维,且纤维团块所占面积降低到4.7%以下。对比图2(c)、(d)和(e)、(f)这两组浆料,其中图(c)、(e)为长条形棉块,图(d)、(f)为正方形棉块,正方形棉块制备的浆料纤维团块所占面积略高于长条形棉块的,长方形棉块经打浆形成的浆料纤维更为分散。这主要是由于纤维在水中受到刀片剪切力的作用,长条形的棉块打浆时受到疏解机刀片的作用大于正方形棉块,因此其浆料分散性也优于正方形棉块。

由图可见,切棉前,玻璃纤维的长径比为3~20,呈离散分布。切棉后,90%以上的玻璃纤维长径比为0.5~4,长径比下降。据文献[10]可知:

$$N_{\text{crowd}} = \frac{2}{3} C_v \left( \frac{l}{d} \right)^2 \quad (1)$$

式中, $N_{\text{crowd}}$ 为纤维堆积因子, $C_v$ 为纤维的体积浓度, $l$ 为纤维长度, $d$ 为纤维直径。当玻璃纤维浓度相同时,降低纤维长径比,可有效降低纤维堆积因子,从而玻璃纤维团聚的可能性越小。

## 2.3 分散剂对浆料悬浮液分散性影响

玻璃纤维在分散相中的悬浮性可以用纤维在溶剂中的沉降速率和悬浮液透光度来表示。一般情况下,若纤维沉降速率较慢,则表示纤维在液相中的悬浮时间长,悬浮液的分散性较好。当光束穿过悬浮液时,由于交织在一起的玻璃纤维对光线的散射和吸收作用,使得部分入射光未能穿过悬浮液。根据朗伯-

比尔定律<sup>[12]</sup>：

$$A = \lg\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\lg T \quad (2)$$

式中,  $A$  为吸光度,  $T$  为透光率,  $I_0$  为入射光强,  $I$  为透过光强。

悬浮液吸光度值如图 4 所示。未添加分散剂时, 纤维悬浮液的吸光度为 0.041。添加分散剂后, 在低浓度范围内, HPMC 的分散性能较显著, 添加为 0.012wt% 时, 吸光度达到最高值 0.703。根据式 (2), 吸光度  $A$  值越大, 表明物质对光吸收越强, 悬浮液透过光的能力越弱, 表明纤维越分散; 反之, 悬浮液  $A$  值越小, 表明它对光的吸收越强, 它透过光的能力越强, 纤维越团聚。随着浓度的增大, HPMC 黏度变大, 分散效果减弱增稠能力增强, 包覆在纤维表面形成黏稠状, 细小分散纤维含量减弱, 影响了分散系的流动性, 使得纤维悬浮液的吸光度缓慢下降并趋于平稳<sup>[13]</sup>; 在高浓度范围, SHP 的分散作用则较强, 在 0.04wt% 时达到 0.663  $A$ 。

玻璃纤维表面含有大量的阴离子基团, 会吸附水分子中带正电的  $H^+$  离子, 引起水分子的极化, 使得其正电端朝向纤维内部, 负电端朝向纤维外端, 所以玻璃纤维表面带负电性。当 SHP 加入到悬浮液中, 负电纤维对其产生特性吸附, 纤维表面的负电荷向更负的方向变化, 使纤维之间相互排斥, 分散效果稳定<sup>[14-15]</sup>。加入 HEC 为 0.008wt% 时, 浆料吸光度为 0.344, 分散性明显比 SHP 和 HPMC 的分散性差。

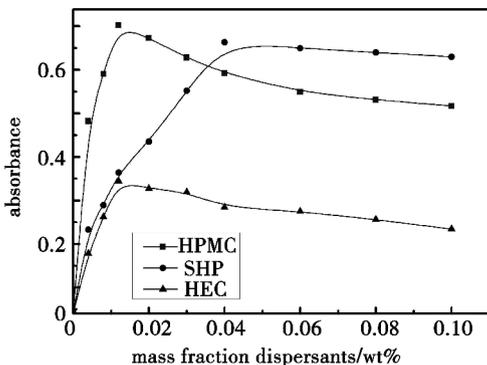


图 4 分散剂加入量对玻璃纤维悬浮液吸光度的影响  
Fig. 4 Influence of dispersants amounts on the absorbance of glass fiber suspension

图 5 为 3 种分散剂最佳加入量下的浆料悬浮液纤维沉降高度图。经 HPMC 和 HEC 分散后的纤维浆料下降高度均高于 SHP, 说明加入这两种分散剂的浆料纤维较难分散, 团聚现象越严重, 分散效果差; 而经 SHP 分散后的浆料纤维下降高度少, 在相同时间内拥有相对平缓的下沉速率。

图 6 为玻璃纤维在溶液中的沉降状态图。图 6 (a) 显示成团成束状纤维含量越高, 其在浆料中的下

降过程越快。图 6 (b) 显示细小纤维含量越大、团聚现象越少, 表示纤维在水中分散得越好, 纤维分散成单根的比例就越大, 其沉降时间就越长<sup>[6]</sup>; 观察烧杯侧面可看到许多分散均匀的纤维缓慢漂浮。因此在相同时间内, 图 6 (a) 相对 (b) 沉降的高度要高。

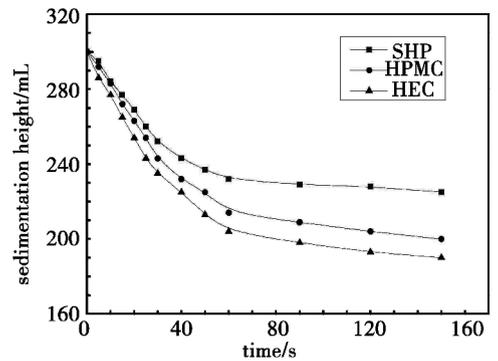


图 5 3 种分散剂最佳加入量下的浆料悬浮液纤维沉降高度  
Fig. 5 Sedimentation height of fiber suspensions added optimal amounts of three dispersants

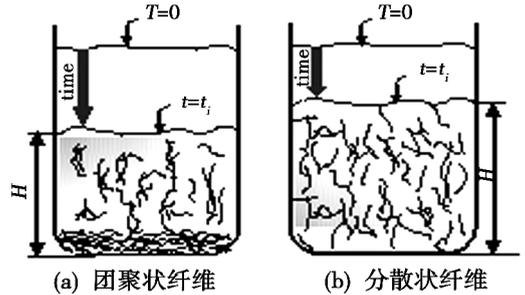


图 6 玻璃纤维在溶液中的沉降状态图

Fig. 6 Settlement state diagram of glass fiber in the solution

### 3 结论

(1) 切棉后的浆料分散程度明显高于未切棉的浆料。浆料中所含纤维成团所占面积百分数由 72.6% 降低到 2.4%。切棉后长方形棉块经打浆形成的浆料纤维较正方形棉块的更为分散。玻璃纤维越长则越难分散, 适宜的浆料分散长度为 10 ~ 12 mm。

(2) 当玻璃纤维浆料为 0.2wt% 时, HEC、HPMC、SHP 的最佳加入量分别为 0.008wt%、0.012wt% 和 0.04wt%, 所对应的浆料吸光度分别为 0.344、0.703 和 0.663  $A$ 。

(3) 添加 SHP、HPMC 和 HEC 的玻璃纤维浆料分散性的效果为 SHP>HPMC>HEC。添加 SHP 的浆料纤维沉降高度最低、纤维沉降速率最慢。

### 参考文献

[1] Di Xiaobo, Gao Yimin, Bao Chonggao, et al. Optimization of glass fiber based core materials for vacuum insulation panels with laminated aluminum foils as envelopes [J]. Vacuum, 2013, 97: 55-59

(下转第 74 页)