

粉体填料引入树脂基复合材料工艺研究

徐洪敏 郑 威 王小兵 齐燕燕 王宝春

(山东非金属材料研究所, 济南 250000)

文 摘 根据真空辅助 RTM 工艺性特点, 确定粉体填料改性树脂基复合材料工艺方法。将粉体填料分散于乙酸乙酯溶液中, 并添加分散剂、黏结剂, 并确定粉体填料与分散剂的质量比为 1:0.5, 制备一种分散效果较好的粉体填料悬浮液, 将粉体填料定量喷涂增强纤维, 并观察粉体填料喷涂量与喷涂速度之间成正比例关系。观察改性纤维 SEM 图, 粉体填料能较好的黏附在增强纤维表面, 且分布较均匀; 改性后纤维由于粉体填料的涂覆效果, 纤维丝断裂强力较无喷涂纤维丝下降 10%, 在一定条件下并不影响纤维增强复合材料性能。

关键词 粉体填料, 悬浮液, 喷涂, 增强纤维

中图分类号: TN974

DOI: 10.3969/j.issn.1007-2330.2015.03.010

Processing of Resin-Based Composites by Introducing Powder Filler

XU Hongmin ZHENG Wei WANG Xiaobing QI Yanyan WANG Baochun

(Shandong Institute of Nonmetal Materials, Jinan 250000)

Abstract According to characteristics of vacuum-assisted RTM process, processing parameter of the powder filler introduced resin-based composite materials were detered. The powder filler is dispersed in ethyl acetate solution, dispersant and binder were added to prepare a good dispersion of the powder filler suspension, and the quality of the powder fill and dispersant were detered to be 1:0.5. Quantitative spraying the powder filler reinforcement fibers in order to modify the composite, and analysis the effect of the powder filler is dispersed in the solution and bonded state of the reinforcing fibers. SEM observation reveal that the modified fibers, powder filler can relatively uniform adhesion in the fiber surface. Due to the powder filler adhesion in the fiber surface, breaking strength of failments reduced about 10%.

Key words Powder filler, Suspension, Spraying, Reinforcing fibers

0 引言

传统的树脂传递模塑 (RTM) 工艺是发展迅速的一种复合材料成型工艺方法^[1-2], 能有效替代预浸料/热压罐工艺^[3]。但是此工艺途径受到材料性能和工艺方法的限制较多, 因此在 RTM 工艺的基础上改进的真空辅助 RTM 成型工艺 (VARTM) 得到人们的重视, 与传统 RTM 工艺相比, VARTM 工艺具有有机组分挥发少、生产效率高、可有效提高复杂构件的制造及质量保证等优点^[4]。

真空辅助 RTM 成型工艺的基本原理为纤维先铺展在模具或者模板上, 后采用密封袋, 排出增强纤维之间的气体, 使密封袋形成一个真空状态, 利用里外的压力差将树脂送入密封袋内, 与增强纤维固化, 并在不同的要求下可加装模具成型出不同的复合材料,

真空辅助 RTM 成型工艺的一个显著特点是增强纤维与树脂在成型之前是两相存在, 在制备的过程中互相渗透固化成型 (图 1)。

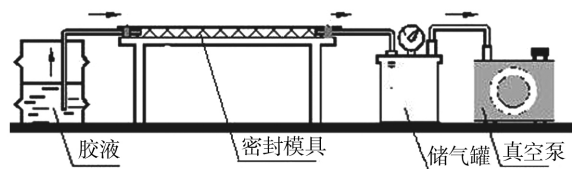


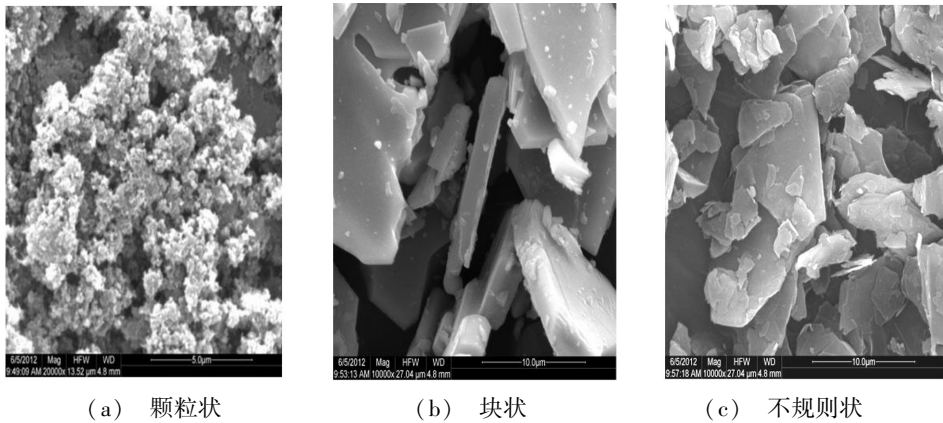
图 1 真空辅助 RTM 示意图

Fig. 1 Schematic diagram of vacuum assisted RTM

近几年, 功能性复合材料在建筑、交通、军事等领域得到了长足的发展, 为有效提高复合材料的高性能、多功能的特点, 需在复合材料内添加必需的粉体填料。在真空辅助 RTM 成型工艺的原理基础上, 可以采用粉体填料以树脂或者增强纤维作为载体进入

复合材料的两种工艺方法,改性树脂基复合材料。对比两种方式,发现粉体填料溶于树脂,随树脂进入复合材料的工艺方法虽然可以有效将粉体填料添加到复合材料内,但是由于有纤维的过滤作用,粉体填料随树脂流动不充分,粉体填料在复合材料内的分布不均匀;另一方面,粉体填料进入复合材料的定量设计性不足,不能满足粉体填料的定量进入原则。粉体填料涂覆于增强纤维表面,随纤维进入复合材料能更好的实现粉体填料的均匀分布,且粉体填料黏附于增强纤维表面,能更好的实现改性复合材料的目的是。

根据 VARTM 成型工艺性特点,本文对比了两种粉体填料进入复合材料的工艺方法,优化选择了将粉体填料配置成悬浮液,采用喷枪喷涂增强纤维的方法,成型出复合材料构件,并分析了粉体填料在增强纤维表面的附着效果及实验探索粉体填料的定量喷涂,以满足大批量喷涂增强纤维改性复合材料的的要求,并对比改性后复合材料性能的变化。



(a) 颗粒状 (b) 块状 (c) 不规则状

图2 三种粉体填料 SEM 图

Fig. 2 SEM microstructures of carbon black, Fe_3O_4 and magnetic fiber

由 SEM 图可以看出粉体填料(a)呈颗粒状,且颗粒直径较小,大小比较均匀;而粉体填料(b)呈块状,形状不规则,大小不均匀,有棱角;粉体填料(c)呈不规则的形状。树脂是在纤维布中流动的,不规则的形状不利于粉体填料的均匀分布,粉体填料(b)和(c)均是不规则形状,均不利于真空辅助 RTM 工艺中树脂的流动,对树脂基复合材料成型产生影响,所以实验主要展开了粉体填料(a)改性复合材料工艺方法的研究。

实验三种不同分散剂,三种分散剂分别为 HT-8163、JL-109、聚乙二醇,观察三种分散剂对粉体填料分散性的影响并确定分散剂的最佳用量,实验中采用超声分散的方法。首先取一定量的溶剂和分散剂在烧杯中,搅拌均匀,然后放入粉体填料,将加入粉体填料的悬浮液静置 24 h,有利于粉体填料在溶剂中充分润湿,然后采用超声震动的方法超声分散。炭黑悬浮液中炭黑用量为 1 g,超声时间为 5 h,添加不同用

1 粉体填料悬浮液制备

1.1 实验材料及设备

粉体填料,分散剂 HT-8163、分散剂 JL-109、聚乙二醇,环氧树脂(上海上玮精细化工有限公司),增强纤维(面密度 600 g/m^2 ,泰山纤维有限公司),乙酸乙酯(市售,含水量 $\leq 0.01 \text{ g}$);超声波仪(KQ3200DV,昆山超声仪器有限公司),空气压缩机(ZBM-0.08/8,台州市奥突斯工贸有限公司)。

1.2 粉体填料悬浮液制备

将粉体填料分散在溶剂乙酸乙酯中,并添加一定量的分散剂,使粉体填料能有效地分散在乙酸乙酯中,并通过分散性实验得到分散剂的最佳用量。此外,根据粉体填料喷涂黏附在增强纤维表面,需要在粉体填料悬浮液中添加一定量的黏结剂树脂。观察三种典型粉体填料的微观状态,分析其对真空辅助 RTM 成型工艺产生的影响,选取最佳粉体填料,能更好的采用真空辅助 RTM 工艺改性复合材料性能。

量的分散剂,静置 24 h,观察炭黑悬浮液分散性。

表 1 不同分散剂用量实验表

Tab. 1 Experiments of different dosage of dispersants

样品	HT-8163/g	聚乙二醇/g	JL-109/g
1#	0	0	0
2#	0.05	0.1	0.1
3#	0.1	0.5	0.5
4#	0.5	1	1
5#	1	2	2

比较加入三种不同类型的粉体填料分散剂,观察发现,当分别添加不同用量的 JL-109 和聚乙二醇作为分散剂在粉体填料悬浮液中,分别静置一定时间后,两种分散剂的粉体填料悬浮液均出现分层。添加不同用量的分散剂 HT-8163 在粉体填料悬浮液,配制完成超声震荡后,静置一定时间发现在加入量 $\geq 0.5 \text{ g}$, 24 h 后,粉体填料悬浮液没有出现分层,说明分散剂 HT-8163 能较好的将粉体填料分散在溶液中。分散剂 HT

-8163 是一种含有亲和颜料基团乙酸乙酯溶液, 粉体填料在前处理的过程中表面会带有一些含有氢氧的官能团, HT-8163 主要通过聚丙烯酸脂链与炭黑表面的官能团结合, 通过空间位阻的作用使炭黑粉体解絮凝, 并可通过提供相同的电荷, 通过静电排斥的作用提高

分散性, 因此通过试验发现 HT-8163 能使粉体填料悬浮液达到较好的分散效果, 试验分析得到分散剂 HT-8163 最佳用量为 0.5 g, 对于粉体填料的分散效果最佳, 制备的粉体填料悬浮液效果最好。

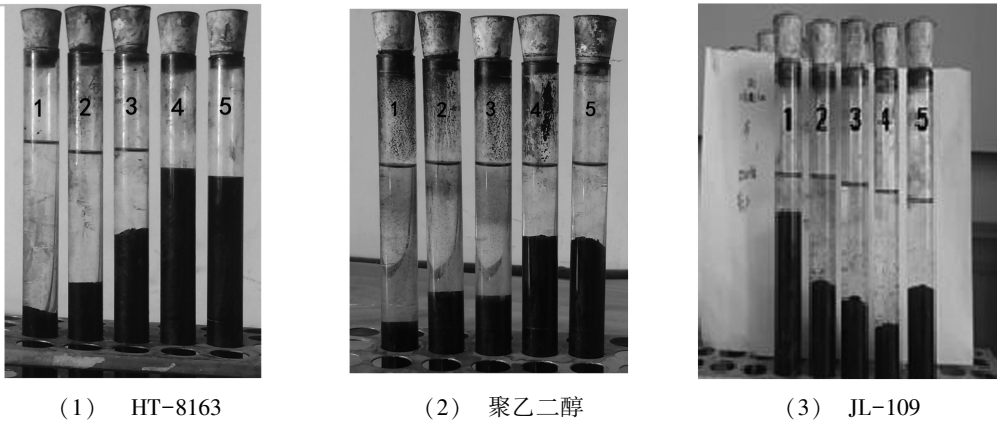


图3 三种分散剂及其不同用量分散效果图

Fig.3 Different quantities of different dispersants on the dispersion performance

2 粉体填料涂覆增强纤维

通过对比粉体填料改性复合材料工艺方法, 优选通过喷枪喷涂的方法将粉体填料喷涂黏附于增强纤维表面, 通过纤维载体制备复合材料, 实现改性复合材料的目。首先通过分散剂及溶剂将粉体填料较好的分散形成悬浮液, 并添加一定量的树脂, 然后将配制的粉体填料悬浮液导入喷枪内, 通过喷涂将粉体填料黏附在纤维表面, 再充分烘干纤维表面的溶剂, 得到粉体填料改性的增强纤维。通过对粉体填料悬浮液配方优化, 获得足够稳定的粉体填料悬浮液。通过调节悬浮液中粉体填料的含量可以得到不同粉体填料面密度的改性增强纤维。对于喷枪喷涂的方法, 粉体填料悬浮液的浓度能够决定粉体填料在增强纤维上黏附量的多少, 配制不同浓度的悬浮液, 便会喷涂出不同粉体填料面密度的改性增强纤维。通过实验得出不同浓度的悬浮液与增强纤维上粉体填料面密度的关系, 有助于定量改性增强纤维, 最终达到定量的将粉体填料引入复合材料内, 通过 VARTM 工艺改性复合材料。

采用喷枪喷涂的方法, 粉体填料的质量分数只能达到 5%, 当粉体填料在悬浮液中的质量分数继续增加时, 受限于工艺方法, 造成喷枪堵塞的问题。由图 4 可以看出粉体填料在悬浮液中的质量分数与粉体填料在增强纤维上的面密度基本上呈正比例关系, 由此可以定量喷涂不同面密度的增强纤维, 并定量改性增强纤维, 继而能较好地达到改性复合材料, 提高其性能的目的。

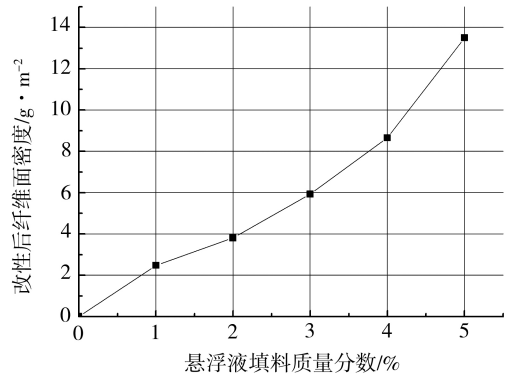


图4 喷涂粉体填料比例关系图

Fig.4 Proportional relationship of powder filler

从粉体填料改性增强纤维的图 5 可以看出, 在增强纤维的表层, 粉体填料被黏结剂包裹呈颗粒状分布, 基本是黏附在增强纤维丝束表面, 纤维丝束之间几乎没有分布, 说明粉体填料较好的附着在增强纤维表面。

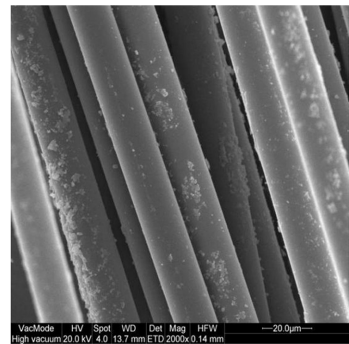


图5 改性增强纤维的 SEM 图

Fig.5 SEM microstructures of the modified reinforced fabric

(下转第 71 页)