

# 芳纶Ⅲ纤维预浸胶带的质量稳定性

王斌 徐征 曾金芳 王百亚

(西安航天复合材料研究所,西安 710025)

**文 摘** 分析了芳纶Ⅲ纤维与 F-12 纤维的预浸胶成型工艺的差异和影响因素,根据芳纶Ⅲ纤维独特的表面性能及股纱特性,最终优选了芳纶Ⅲ纤维的股纱性能和预浸渍成型工艺参数。试验结果表明,该成型工艺能生产出质量稳定的胶带来满足缠绕工艺要求。

**关键词** 芳纶Ⅲ纤维,预浸胶带,制品性能

## Quality Stability of Fanglun Ⅲ Fiber Prepreg Tape

Wang Bin Xu Zheng Zeng Jinfang Wang Baiya

(Xi'an Aerospace Composite Materials Research Institute, Xi'an 710025)

**Abstract** This work introduces impregnation process of difference and influence between Fanglun Ⅲ and F-12 fiber. Under the consideration of unique surface performance and yarn of Fanglun Ⅲ fiber, Fanglun Ⅲ yarn parameter and impregnation processing technique are optimized. Due to the easy processing and stable prepreg tape, prepreg tape is suitable as a reinforcing material for winding manufacture.

**Key words** Fanglun Ⅲ fiber, Prepreg tape, Product properties

### 0 引言

在纤维缠绕压力容器成型过程中,预浸胶带的制作极为关键,直接影响复合材料最终产品性能。芳纶Ⅲ纤维是目前我国具有自主知识产权且强度性能等级最高的国产化纤维<sup>[1-5]</sup>,根据工艺路线,芳纶Ⅲ纤维采用干法缠绕成型,而芳纶Ⅲ纤维具有独特的表面性能及股纱特性,实验表明,在同样的预浸渍条件下,芳纶Ⅲ的树脂质量分数要比 F-12 纤维低 10%,带宽窄 0.5 mm,预浸胶带在缠绕铺放中排列不紧密出现“拉缝”现象,无法满足壳体缠绕工艺要求。为了改善国产芳纶Ⅲ纤维与树脂的浸润性,本文通过浸胶工艺参数的调整和优化来控制胶带质量,满足了缠绕工艺对国产芳纶Ⅲ纤维预浸胶带的要求。

### 1 实验

#### 1.1 方案

在 4304 与芳纶Ⅲ纤维、F-12 纤维预浸胶带制作过程中,通过浸胶工艺参数来控制胶带质量,从而获取较佳纤维缠绕压力容器性能。

#### 1.2 设备

SPI3800N 原子力显微镜(AFM)(日本精工);BH-146 型多功能浸胶机;小型浸胶机。

### 2 结果与讨论

在纤维干法缠绕压力容器成型过程中,预浸胶带的

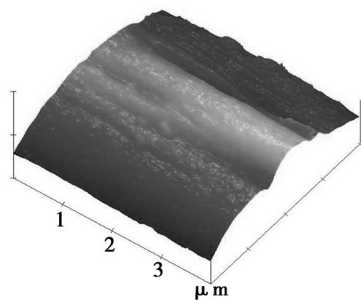
制作直接影响复合材料最终产品性能。对预浸渍胶带的主要要求是树脂基体质量分数适宜、均匀、稳定;纤维彼此平行、无歪斜和纱束重叠,保证纤维方向准确;预浸胶带表面平整,厚度、宽度尺寸一致;表面无缝隙及其他缺陷。

#### 2.1 芳纶Ⅲ纤维预浸渍工艺的匹配性

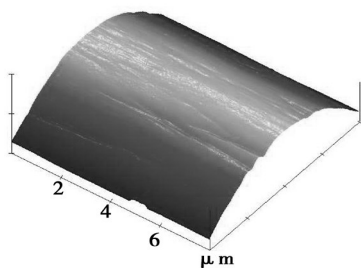
纤维经不同的纺丝和后处理,得到的纤维表面各不相同。在电镜下可以观察到纤维表面存在诸如沟槽、凹陷或凸出等微观形貌,这对提高纤维与树脂基体的粘接有积极的意义,如通过原子力显微镜观察发现,芳纶Ⅲ纤维表面的微观状态与 F-12 纤维相比差别较大,皱褶沟槽的数量较少,且痕深较浅,见图 1。芳纶Ⅲ纤维的这种纤维表面光滑状态,在预浸渍胶带成型过程中树脂基体流动迁移,树脂容纳量不足,在相同压辊作用下使部分树脂基体外迁,导致芳纶Ⅲ预浸胶带的树脂含量要比 F-12 纤维低 10%,这已通过工艺实验对比得到验证。

在 BH-146 型多功能浸胶机上,选用芳纶Ⅲ纤维浸胶,与 F-12 纤维比较。通过工艺实验证明,在同样的预浸渍条件下,芳纶Ⅲ预浸胶带的树脂含量要比 F-12 纤维低 10%,带宽窄 0.5 mm。在浸渍速度和浸渍张力不变的情况下,采用 4304 配方浸渍芳纶Ⅲ纤维制作预浸胶带时,控制树脂质量分数的主要方式

是调整胶液密度。对于 4304 环氧树脂体系,胶液密度和树脂含量的关系见图 2。随着胶液密度的增大,预浸胶带树脂含量增加。在试验条件下,采用匀速卷绕法,胶液密度增大 2%~4%,树脂质量分数增加 5%~10%。最终,通过调整浸胶时的胶液密度,单轴及双轴预浸胶带的工艺参数见表 1。



(a) F-12 纤维



(b) 芳纶 III 纤维

图 1 芳纶 III 纤维与 F-12 纤维的 AFM 图像比较

Fig.1 AFM micrographs of Fanglun III and F-12 fiber

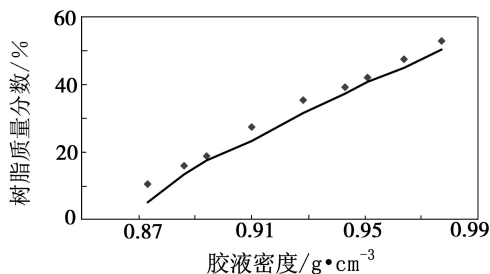


图 2 4304 胶液密度与树脂质量分数的关系

Fig.2 Relationship of resin content and density of 4304 epoxy formula

从表 1 中可以看出,同样条件下,芳纶 III 纤维浸胶液的密度要高出 F-12 纤维,通过调整浸胶时的胶液密度,就能得到相同的树脂质量分数。浸渍速率对树脂质量分数的影响主要表现在过快的浸胶速度会使纤维来不及浸透,出现树脂质量分数不均及挥发份过高等现象,但过低一方面生产效率低,另一方面胶带通过烘干炉反应程度过快过高,胶带发干,难以使用。对于芳纶 III 纤维和 F-12 纤维,由于两种纤维本身浸透性不同,浸胶速率也不同,对于同一种 4304 配方,F-12 的适宜浸胶速率是(6~7) m/min,而芳纶 III 纤维适宜浸胶速率是(8~9) m/min。

表 1 芳纶 III 与 F-12 单轴、双轴纤维浸胶工艺参数及结果

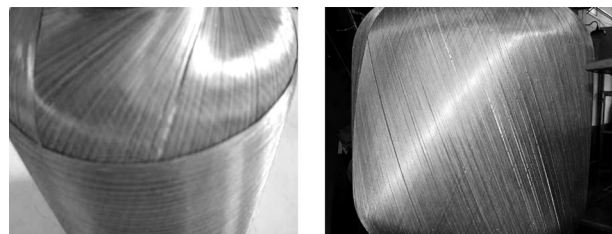
Tab.1 Prepreg processing parameters by using single and double spindle yarn of Fanglun III and F-12 fiber

纤维	胶液密度 / g·cm <sup>-3</sup>	带宽 / mm	树脂质量分数 / %
单轴 芳纶 III	0.928	2.5~3.0	35.0
F-12	0.898	3.0~4.5	35.5
双轴 芳纶 III	0.925	4.0~5.5	30.8~34.1
F-12	0.890	5.5~7.5	35.3~38.8

浸渍张力对胶带质量也有一定影响,浸胶过程中施加张力的目的就是要使纤维应力状态一致,纤维在胶槽及各个胶辊之间的状态相同,得到稳定的树脂含量,太高的浸渍张力,将使纤维在胶槽中难以散开,造成难以浸透或刮胶辊刮胶过多造成树脂质量分数下降。对于不同的纤维种类,浸渍张力的要求也不相同。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。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。芳纶 III 纤维合股较粗,各股之间松紧程度不尽相同,浸胶时就需要施加一定的浸渍张力。经过反复摸索,芳纶 III 纤维的浸渍张力确定为(5~10) N,对于 F-12 纤维为(10~15) N 较佳,通过这些的芳纶 III 纤维预浸渍工艺的匹配性调整在实际浸胶过程中取得了良好的效果。

## 2.2 芳纶 III 纤维成带工艺稳定性

在试验中发现,早期的纤维捻度偏大,树脂浸透性差,厚度无法控制,导致芳纶 III 纤维预浸胶带应用在  $\Phi 150$  mm 容器和  $\Phi 480$  mm 壳体的缠绕过程中存在“拉缝”现象(图 3),胶带铺放排列产生缝隙,不能均匀布满芯模表面, $\Phi 150$  mm 容器水压爆破压强仅为 21 MPa(低于 25 MPa 的设计值),容器特性系数值也偏低( $PV/Wc$  为 34.5 km),而且破坏发生在容器的环向层。经过分析后,认为原因是在股纱生产过程中加捻因素造成的,后来通过改进加捻方式和降低捻度(由 15 捻/m $\rightarrow$ 10 捻/m $\rightarrow$ 8 捻/m)等有效措施,展带工艺性明显得到改善,中后期批次的芳纶 III 纤维预浸胶带带形稳定,已能满足壳体缠绕要求。



(a)  $\Phi 150$  mm (封头段) (b)  $\Phi 480$  mm (筒身段)

图 3 芳纶 III 纤维的容器(缠绕铺放的拉缝)

Fig.3 Slide track on vessel surface in winding process

目前与芳纶Ⅲ纤维生产单位协作,把股纱股数组成由4股改为8股,通过预浸渍成型工艺实验证明,其胶带宽度更稳定,胶带宽度平均值由3.5 mm增大到4.2 mm,达到了F-12纤维的胶带宽度,见表2。

表2 纤维股纱性能和胶带展带的工艺性比较

Tab.2 Comparison between yarn parameter and impregnation processing technique

纤维纱	采取措施		股数	胶带宽度最小值 /mm	胶带宽度最大值 /mm	胶带宽度平均值 /mm	工艺状态
	捻度/捻·m <sup>-1</sup>	加捻方式					
早期批次	15	整股加捻	4小股	≤0.5	2.5	无	胶带宽度非常不稳定
	10	分股加捻	4小股	1.2	2.6	2.0	带宽稳定性较好,但带宽需要进一步改善
中后期批次	8	分股加捻	4小股	2.8	3.9	3.5	带宽稳定,已满足壳体缠绕要求
改进批次	8	分股加捻	8小股	3.9	4.6	4.2	胶带宽度增大且稳定,能满足壳体缠绕要求

表3 Φ150 mm 容器性能比较

Tab.3 Properties of Φ150 mm vessel

试验	容器发数	水压爆破		容器特性系数		爆破部位
		压力/MPa	C <sub>v</sub> /%	$\frac{PV}{Wc}$ /km	C <sub>v</sub> /%	
芳1	3	23.2	3.7	38.2	2.7	筒身
纶2	3	24.3	0.97	39.1	0.97	筒身
Ⅲ3	3	24.0	4.5	38.5	2.0	筒身
4	3	25.7	2.4	39.8	0.9	筒身
F-12纤维	12	23.3-25.2	1.7-2.5	38.2-39.6	1.0-2.0	筒身

### 2.3 预浸胶设备的影响

针对自行研制的小浸胶机和现有BH-146型微机多功能浸胶机进行了浸胶实验,BH-146型微机多功能浸胶设备在刮胶、成带、收卷装置等方面均进行了改进,工艺过程用微机控制,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。但是其部分功能老化,收卷张力时紧时松,针对展带机构和收卷张力系统进行了技术改造,改造后收卷张力和胶带带宽的稳定性均得到了显著提高。但仍不能克服其自身的缺陷,主要表现在:(1)制作国产芳纶Ⅲ纤维预浸带时,发现预浸带“挂”胶量差,制作的预浸带展带性也较差;(2)胶槽无恒温装置,不能实现连续加胶和补充胶液功能,导致浸渍期间树脂质量分数波动范围较大,无法实现精密控制;(3)烘干炉的密封、保温效果较差,预浸带制作过程中的溶剂挥发物无法及时排出;(4)不能实现胶带树脂质量分数的连续自动控制与检测,使胶带质量无法得到完全有效控制,且影响生产效率;(5)纱架退绕张力采用的是摩擦增减张力的办法,无法达到严格控制。

建议对现有BH-146型微机多功能浸胶机进一步改造:(1)在预浸胶带生产线上增加超声振荡装置,提高纱带浸润性和挂胶量,并增加胶带展带调节

经过成型工艺的匹配性调整和优化后,4批次的芳纶ⅢΦ150 mm容器缠绕铺放胶带排布情况明显改善,容器性能PV/Wc提高到了38.2-39.8 km,见表3,与F-12纤维的Φ150 mm容器性能相当。

器,提高胶带展带性;(2)增加预浸胶树脂质量分数自动在线控制与检测;(3)重新设计烘干炉,改进烘干方式,提高温控精度,增加烘干炉的密封性和保温效果;(4)增加纱轴张力阻尼装置,实现纤维退绕张力的有效控制;(5)增加计量泵系统,增加连续加胶和补充胶液功能,以实现胶液浓度的精密控制;(6)在胶槽上增加一个密封罩装置和一个恒温装置,以解决浸渍期间胶液中溶剂挥发和温差造成树脂质量分数波动范围较大的问题。通过这些技术改进后,会显著改善预浸胶质量和带形稳定性。

### 3 结论

(1)通过预浸渍工艺匹配性的调整和优化来控制芳纶Ⅲ纤维胶带质量,芳纶ⅢΦ150 mm容器缠绕铺放胶带排布情况明显改善,容器性能PV/Wc提高到了38.2-39.8 km,可以满足壳体缠绕工艺的要求;(2)芳纶Ⅲ纤维胶带成型对预浸胶机设备要求较高,同时也暴露出了目前设备的工艺不适应,虽经过展带机构和收卷张力系统的技术改造仍不能克服其自身的缺陷,还须进一步完善预浸胶机设备的工艺精度控制。

#### 参考文献

[1] 潘育英,刘向阳,彭涛,等.一种芳纶Ⅲ原丝束的后处理新工艺[P].CN1473969,2004-02-11  
 [2] 潘育英,傅旭,王凤德,等.一种制备高粘度芳纶Ⅲ树脂母液的工艺方法及生产装置[P].CN14804479,2004-03-10  
 [3] 孙友德,刘庆备.俄罗斯杂环芳纶-概况与发展(一)[J].高科技纤维与应用,2004,29(1):8-10  
 [4] 彭涛,郭灵虹,傅旭,等.样品倾斜的X-射线衍射法分析芳纶Ⅲ纤维径向结构[J].合成纤维,2005,34(6):21-24  
 [5] 王斌,崔红,周玉玺,等.新型国产芳纶Ⅲ纤维的性能实验研究[J].固体火箭技术,2006,29(5):377-379