



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103642155 B

(45)授权公告日 2016.08.17

(21)申请号 201310638071.X

C08K 13/02(2006.01)

(22)申请日 2013.11.29

C08K 3/04(2006.01)

(73)专利权人 中国科学院金属研究所

C08K 5/12(2006.01)

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路
72号

B29B 7/56(2006.01)

(72)发明人 曾尤 谢桂媛 王函 英哲
任文才 刘畅 成会明

(56)对比文件

CN 103304887 A,2013.09.18,权利要求1,
实施例4,表1.

(74)专利代理机构 沈阳优普达知识产权代理事
务所(特殊普通合伙) 21234

CN 102321379 A,2012.01.18,权利要求2,
4-6,实施例3.

代理人 张志伟

CN 101558455 A,2009.10.14,全文.

WO 2010/107763 A1,2010.09.23,权利要求
2,18,说明书第20,27,40,43段.

(51)Int.Cl.

C08L 27/06(2006.01)

CN 103087404 A,2013.05.08,权利要求1,
2,7.

C08L 25/06(2006.01)

C08L 67/02(2006.01)

C08L 23/06(2006.01)

C08L 23/12(2006.01)

审查员 江笑丹

权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜及其制备方法

(57)摘要

本发明属于高分子复合材料领域,特别涉及了一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜及其制备方法。该复合薄膜由聚氯乙烯和石墨烯预混合再经双辊混炼机混炼制成的复合导电薄膜。首先将稳定剂和增塑剂加入到聚氯乙烯树脂中搅拌均匀,再将混合物放入烘箱中熟化,然后将石墨烯加到上述混合物中并搅拌均匀,最后经双辊混炼机混炼得到石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,二维石墨烯在复合材料中的含量为0.5~4.5wt%。本发明以石墨烯为导电剂的聚合物基导电复合材料,由于具有重量轻、易加工、耐腐蚀以及电阻率可在较大范围内调节等特点在现代电子工业、信息产业和高新技术领域有着广泛的应用。本发明的工艺简单,生产效率高,易于实现工业化规模生产。

1. 一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,其特征在于,所述复合薄膜包括石墨烯、热塑性树脂及助剂,按重量百分比计,石墨烯0.5~4.5wt%,助剂30~45wt%,其余为热塑性树脂;其中,热塑性树脂为:聚氯乙烯、聚苯乙烯、聚酯、聚乙烯和聚丙烯中的一种或两种以上复合构成;

所述的复合导电薄膜中助剂为液体钙锌稳定剂和邻苯二甲酸二辛酯,按重量百分比计,液体钙锌稳定剂2~5wt%,邻苯二甲酸二辛酯28~40wt%;

所述的复合导电薄膜的体积电阻 $5000\ \Omega \sim 2.0 \times 10^9\ \Omega$,体积电阻率 $2.0 \times 10^5\ \Omega \cdot \text{cm} \sim 6.0 \times 10^{11}\ \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $1.0 \times 10^4\ \Omega \sim 8.0 \times 10^{10}\ \Omega$,表面电阻率 $5.0 \times 10^5\ \Omega / \square \sim 6.0 \times 10^{12}\ \Omega / \square$;

所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,包括如下步骤:

(1)将增塑剂邻苯二甲酸二辛酯和液体钙锌稳定剂经预先混合后,再加入到热塑性树脂中,然后将上述混合物在转速为3000~8000rpm的高速搅拌机中高速搅拌5~20分钟混合均匀,最后放入60~100℃的烘箱中熟化0.5~2小时;

(2)将石墨烯粉末加入到上述经熟化的混合料中,并在转速为3000~8000rpm的高速搅拌机中高速搅拌5~20分钟混合均匀,得到石墨烯/热塑性树脂复合粉末,作为复合导电薄膜前驱体;

(3)将石墨烯/热塑性树脂复合粉末用双辊混炼机在前后辊温度分别为160~200℃和158~198℃、前后辊速比为1:1~1:1.5的条件下混炼3~15分钟,就得到石墨烯/热塑性树脂复合导电薄膜。

2. 按照权利要求1所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,其特征在于,所述的石墨烯含量为2.0~3.5 wt%。

3. 按照权利要求1所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,其特征在于,所述的复合导电薄膜的体积电阻达到 $10^3\ \Omega$ 数量级,体积电阻率达到 $10^5\ \Omega \cdot \text{cm}$ 数量级;表面电阻达到 $10^4\ \Omega$ 数量级,表面电阻率达到 $10^6\ \Omega / \square$ 数量级。

4. 按照权利要求1所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,其特征在于,所述的石墨烯是插层剥离法或石墨氧化还原法制备的石墨烯。

5. 按照权利要求1所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,其特征在于,所述的复合导电薄膜的厚度为0.5mm~1.5mm。

一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高分子复合材料领域,特别涉及了一种以新型纳米炭材料—石墨烯为导电剂的热塑性树脂聚合物复合导电薄膜及其制备方法。

背景技术

[0002] 聚氯乙烯(PVC)树脂是目前塑料工业中用量最大的树脂之一,PVC树脂可广泛应用于化工、煤炭、电子、计算机和无线电通讯业等行业。如:在电子领域,可通过基础工艺将其制成透明的异型管材用于包装电子元件,但大部分电子元件,尤其是芯片,需要包装材料具有良好的抗静电性,而软质PVC材料的表面电阻率高达的 $10^{14} \sim 10^{17} \Omega / \square$ (方块电阻),因此其很高的电绝缘性使材料在使用中易因摩擦而积聚静电,对敏感性电子元件、仪器仪表等因产生的高压放电致使所包装的商品遭到破坏,造成经济损失,甚至引起爆炸和火灾,从而也限制了其在化工厂、油库、煤矿等领域的应用。另外,复合型抗静电材料具有质轻价廉、易加工成型、加工与导电性一次完成和导电性能便于调节等优点,而广泛应用于能源、电子、宇航等领域。因此,研究开发及生产抗静电及导电性PVC树脂基复合材料就成为PVC材料研究的一个重要方向。

[0003] 提高聚氯乙烯类聚合物的导电性的同时保持其优良的力学性能(如抗冲击性能、韧性和伸长率等)是近年来导电复合材料研究的重点。目前制备导电聚合物所采用的炭系导电填料通常是炭黑或石墨,根据这些导电粒子的形貌和导电机理,要达到理想的导电效果,导电剂的添加量通常要大于10%,加入如此多的导电剂必然会降低基体聚合物的力学性能,最终影响导电聚合物的应用。

[0004] 目前,赋予高分子材料导电性或抗静电性主要包括如下方法:在聚合物基体中填充导电填料、添加抗静电剂、在聚合物表面涂敷导电性好的抗静电涂层、合成结构性导电性高分子聚合物、在材料表面复合导电性薄膜等,其中添加抗静电剂是最常用的方法。但是常用的抗静电剂由于迁移作用,会随着时间增长而向材料表面迁移,难以长期保持表面电阻在 $10^8 \Omega$ 以下。而在聚合物基体中填充各种无机导电填料最具使用价值,其中最常用的则是碳系导电填料,如:炭黑、石墨和碳纳米管等。炭黑是天然的半导体材料,导电性能持久,可大幅度调整材料的电阻率,但是由于其为硬质材料,随着填充量的增加,会使材料的拉伸强度和硬度增加而冲击强度降低,影响其应用。碳纳米管具有优良的导电性能,但是比表面积较高,碳纳米管之间由于范德华力易于团聚,使其在聚合物中分散性较差,也影响其应用。

[0005] 石墨烯作为一种新型炭材料,与炭黑、碳纳米管等碳材料相比即具有高强机械性能又具有高的径厚比,同时其稳定的晶格结构及极高的载流子迁移率使其显示出优异的电学性能,因此可以在很低的填充量下达到显著改善聚合物导电性能的目的。例如:溶液法制备的石墨烯/UHMWPE复合材料的渗流阈值低到了0.070vol.%。但是,该复合材料的制备方法较为繁杂,分散过程中易破坏石墨烯的片层结构,影响复合材料的预期性能。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提出一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜及其制备方法,解决现有技术中制备方法较为繁杂,分散过程中易破坏石墨烯的片层结构,影响复合材料的预期性能等问题。

[0007] 本发明采用的技术方案是:

[0008] 一种以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜,所述复合薄膜包括石墨烯、热塑性树脂及助剂,按重量百分比计,石墨烯0.5~4.5wt%,助剂30~45wt%,其余为热塑性树脂;其中,热塑性树脂为:聚氯乙烯、聚苯乙烯、聚酯、聚乙烯和聚丙烯中的一种或两种以上复合构成。

[0009] 所述的石墨烯优选含量为2.0~3.5wt%。

[0010] 所述的复合导电薄膜中助剂为液体钙锌稳定剂和邻苯二甲酸二辛酯,按重量百分比计,液体钙锌稳定剂2~5wt%,邻苯二甲酸二辛酯28~40wt%。

[0011] 所述的复合导电薄膜的体积电阻 $5000\ \Omega \sim 2.0 \times 10^9\ \Omega$,体积电阻率 $2.0 \times 10^5\ \Omega \cdot \text{cm} \sim 6.0 \times 10^{11}\ \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $1.0 \times 10^4\ \Omega \sim 8.0 \times 10^{10}\ \Omega$,表面电阻率 $5.0 \times 10^5\ \Omega / \square \sim 6.0 \times 10^{12}\ \Omega / \square$ 。

[0012] 所述的以石墨烯为导电剂的复合导电薄膜的制备方法,包括如下步骤:

[0013] (1)将增塑剂邻苯二甲酸二辛酯和液体钙锌稳定剂经预先混合后,再加入至热塑性树脂中,然后将上述混合物在转速为3000~8000rpm的高速搅拌机中高速搅拌5~20分钟混合均匀,最后放入60~100℃的烘箱中熟化0.5~2小时;

[0014] (2)将石墨烯粉末加入到上述经熟化的混合料中,并在转速为3000~8000rpm的高速搅拌机中高速搅拌5~20分钟混合均匀,得到石墨烯/热塑性树脂复合粉末,作为复合导电薄膜前驱体;

[0015] (3)将石墨烯/热塑性树脂复合粉末用双辊混炼机在前后辊温度分别为160~200℃和158~198℃、前后辊速比为1:1~1:1.5的条件下混炼3~15分钟,就得到石墨烯/热塑性树脂复合导电薄膜。

[0016] 所述的复合导电薄膜的体积电阻达到 $10^3\ \Omega$ 数量级,体积电阻率达到 $10^5\ \Omega \cdot \text{cm}$ 数量级;表面电阻达到 $10^4\ \Omega$ 数量级,表面电阻率达到 $10^6\ \Omega / \square$ 数量级。

[0017] 所述的石墨烯是插层剥离法、石墨氧化还原法或其他方法制备的石墨烯。

[0018] 所述的复合导电薄膜的厚度为0.5mm~1.5mm。

[0019] 作为炭系导电材料的后起之秀—石墨烯,由于其优异的导电性能,室温下极高的电子迁移率 $2 \times 10^5\ \text{cm}^2\text{v}^{-1}\text{s}^{-1}$,很高的径厚比(约大于5000),使其在基体聚合物中加入重量百分比不足3%时,就能达到体积电阻率降到 $10^6\ \Omega \cdot \text{cm}$ 数量级以下,满足抗静电要求。石墨烯由于添加量较少,且由于石墨烯的形貌,对基体聚合物的力学性能几乎没有损害,甚至会有一定程度的增强作用。石墨烯与其它导电剂相比具有如下显著优点:

[0020] (1)石墨烯具有优良的导电性,电子迁移率高达 $2 \times 10^5\ \text{cm}^2\text{v}^{-1}\text{s}^{-1}$,比目前已知的载流子迁移率最大的材料铋化铟高两倍以上。同时,石墨烯室温下的电阻值只有铜的三分之二,这些性能说明石墨烯是目前最优异的导电材料。

[0021] (2)石墨烯具有很高的径厚比(高达5000以上)。石墨烯的二维平面结构使其比零维或一维导电材料在基体中更易构成导电网络,因此可以大幅度地减少导电剂的使用量。

[0022] (3)石墨烯具有很高的比表面积,理论值高达 $2600\ \text{m}^2/\text{g}$ 。石墨烯如此高的比表面积,可有利于提高其与基体聚合物的相互作用,增强界面结合能。

[0023] (4)石墨烯具有优异的力学性能,理想的石墨烯抗拉强度为42N/m,约为普通钢的100倍,杨氏模量为1100GPa,断裂强度125GPa。将适量的石墨烯加入到聚合物中,石墨烯在提高聚合物导电性的同时,还会对其力学性能有一定的提升作用。

[0024] 由于石墨烯具有上述优点,将适量的石墨烯采用适当的方法加入到热塑性树脂聚合物材料中并实现均匀分散,就会使该聚合物的导电性能得到明显改善,因此满足热塑性树脂聚合物复合材料在作为电子元件的包装材料以及抗静电材料时的导电性要求。

[0025] 本发明的优点及有益效果是:

[0026] 1、采用本发明制备的石墨烯/热塑性树脂聚合物抗静电复合材料,具有良好的导电性能,体积电阻最低可达到 $10^3 \Omega$ 数量级,体积电阻率可达 $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 数量级;表面电阻最低可达到 $10^4 \Omega$ 数量级,表面电阻率可达 $10^6 \Omega / \square$ 数量级。

[0027] 2、采用本发明制备石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜的工艺简单,生产效率高,易于实现工业化规模生产,并为石墨烯的批量应用指出了方向。

[0028] 总之,本发明首先将稳定剂和增塑剂加入到热塑性树脂中搅拌均匀,再将混合物放入烘箱中熟化,然后将石墨烯加到上述混合物中并搅拌均匀,最后经双辊混炼机混炼得到石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜。二维石墨烯在复合材料中的含量为0.5~4.5wt%,具有大的厚径比的二维石墨烯能在复合材料中均匀分散并相互搭接形成网络结构,显著提高复合材料的导电性能(体积电阻降到 $10^3 \Omega$ 数量级),使该复合薄膜满足抗静电或电磁屏蔽的需要。以石墨烯为导电剂的聚合物基导电复合材料由于具有重量轻、易加工、耐腐蚀以及电阻率可在较大范围内调节等特点在现代电子工业、信息产业和高新技术领域有着广泛的应用。

附图说明

[0029] 图1是不同石墨烯含量的石墨烯(GNS)/聚氯乙烯(PVC)复合材料表面电阻率变化曲线。

[0030] 图2是石墨烯分散在聚氯乙烯复合材料中的扫描电子显微镜图片。

[0031] 图3是不同石墨烯含量的石墨烯GNS/聚氯乙烯PVC复合材料杨氏模量变化曲线。

具体实施方式

[0032] 本发明石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜,其特点是经双辊混炼得到石墨烯分布均匀并相互搭接,构成导电网络的抗静电热塑性树脂聚合物复合材料,首先将液体钙锌稳定剂加入增塑剂中搅拌均匀,再将热塑性树脂聚合物加入其中搅拌均匀,接着将混合均匀的物料在烘箱中熟化,之后将石墨烯加入并搅拌均匀,最后经双辊混炼机混炼得到石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜。石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜的制备方法,其特点包括以下过程:

[0033] (1)将适量的邻苯二甲酸二辛酯(DOP)和液体钙锌稳定剂经预先混合后,再将适量的热塑性树脂加入到高速搅拌机中搅拌5~20分钟,然后放入60~100℃的烘箱中熟化0.5~2小时。

[0034] (2)将石墨烯粉末加入到上述经熟化的热塑性树脂中,并在高速搅拌机中搅拌5~20分钟混合均匀,得到石墨烯/热塑性树脂复合粉末,作为复合导电薄膜前驱体。

[0035] (3)将石墨烯/热塑性树脂聚合物复合粉末用双辊混炼机共混,前后辊温度分别为160~200℃和158~198℃温度、前后辊转速比为1:1~1:1.5的条件下混炼3~15分钟就可制成石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜。该复合导电薄膜的体积电阻最低可达到 $10^3 \Omega$ 数量级,体积电阻率可达 $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 数量级;表面电阻最低可达到 $10^4 \Omega$ 数量级,表面电阻率可达 $10^6 \Omega / \square$ 数量级,这样的导电性能可以满足热塑性树脂聚合物薄膜用于抗静电的需要。

[0036] 本发明中,石墨烯粉末的粒度为10~60 μm 。

[0037] 本发明中,热塑性树脂为:聚氯乙烯、聚苯乙烯、聚酯、聚乙烯和聚丙烯中的一种或两种以上复合,热塑性树脂的粒度为50~250 μm 。

[0038] 本发明中,钙锌稳定剂为PVC生产中常用的液体钙锌稳定剂,参见《上海化工》1989年第02期,液体钙锌复合稳定剂,作者:陈素君。如:添悦国际贸易(上海)有限公司的CH400、CH401、CH402、CH417、CH418、CH420、CH425等钙锌复合热稳定剂等。

[0039] 实施例1

[0040] 制备石墨烯/聚氯乙烯(PVC)复合导电薄膜,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为0.5wt%。

[0041] 首先按100:60:4的比例分别称取50g聚氯乙烯树脂、30g邻苯二甲酸二辛酯增塑剂以及2g液体钙锌稳定剂CH400,将邻苯二甲酸二辛酯和液体钙锌稳定剂先进行初步混合之后,将称量的聚氯乙烯树脂加入其中,并在高速搅拌机(转速为5000rpm)中搅拌5~20分钟使其混合均匀之后,放入80℃的烘箱中熟化1小时;然后将0.412g石墨烯粉末加入经熟化过的PVC中,在高速搅拌机(转速为5000rpm)中搅拌5~20分钟混合均匀得到混合均匀的石墨烯/PVC复合粉料;最后将上述复合粉料加入到小型精密双辊开炼机的双辊中,前后辊温度分别为170℃和168℃、转动速度比为1:1.1的条件下进行混炼5分钟左右(混炼过程中速度快慢可根据实际情况调节),最后混炼成膜取下冷却,制得石墨烯含量为0.5wt%的石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,其厚度为1.0mm。

[0042] 经测试,该导电膜的体积电阻是 $1.7 \times 10^9 \Omega$,体积电阻率 $5.7 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $7.8 \times 10^{10} \Omega$,表面电阻率 $5.5 \times 10^{12} \Omega / \square$ 。

[0043] 实施例2

[0044] 制备石墨烯/PVC复合导电薄膜,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为2.5wt%。

[0045] 石墨烯的加入量为2.1g,其余的原料配比及制备方法同实施例1,制得石墨烯含量为2.5wt%的石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,其厚度为0.5mm。

[0046] 经测试,该导电膜的体积电阻是 $1.5 \times 10^5 \Omega$,体积电阻率 $7.3 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $3.5 \times 10^6 \Omega$,表面电阻率 $1.1 \times 10^8 \Omega / \square$ 。

[0047] 实施例3

[0048] 制备石墨烯/PVC复合导电薄膜材料,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为3.5wt%。

[0049] 石墨烯的加入量为2.974g,其余的原料配比及制备方法同实施例1,制得石墨烯含量为3.5wt%的石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,其厚度为1.5mm。

[0050] 经测试,该导电膜的体积电阻是8000 Ω ,体积电阻率 $2 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $1.09 \times 10^4 \Omega$,表面电阻率 $5.7 \times 10^5 \Omega / \square$ 。

[0051] 如图1所示,从不同石墨烯含量的石墨烯GNS/聚氯乙烯PVC复合材料表面电阻率变化曲线可以看出,石墨烯含量3.5wt%时,表面电阻率比纯PVC降低了近7个数量级达到 5.7×10^5 。

[0052] 如图2所示,从石墨烯分散在聚氯乙烯复合材料中的扫描电子显微镜图片可以看出,石墨烯在复合材料中分散较为均匀并且相互搭接构成导电网络。

[0053] 如图3所示,从不同石墨烯含量的石墨烯GNS/聚氯乙烯PVC复合材料杨氏模量变化曲线可以看出,由复合材料应力-应变曲线斜率计算出相应杨氏模量的值,随着石墨烯含量的增加呈上升趋势。

[0054] 实施例4

[0055] 制备石墨烯/聚苯乙烯(PS)复合导电薄膜,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为0.5wt%。

[0056] 首先按100:60:4的比例分别称取50g聚苯乙烯树脂、30g邻苯二甲酸二辛酯增塑剂以及2g液体钙锌稳定剂CH401,将邻苯二甲酸二辛酯和液体钙锌稳定剂先进行初步混合之后,将称量的聚苯乙烯树脂加入其中,并在高速搅拌机(转速为6000rpm)中搅拌10分钟使其混合均匀之后,放入60℃的烘箱中熟化2小时;然后将0.412g石墨烯粉末加入经熟化过的聚苯乙烯中,在高速搅拌机(转速为6000rpm)中搅拌10分钟混合均匀得到混合均匀的石墨烯/聚苯乙烯复合粉料;最后将上述复合粉料加入到小型精密双辊开炼机的双辊中,前后辊温度分别为245℃和243℃、转动速度比为1:1.2的条件下进行混炼10分钟左右(混炼过程中速度快慢可根据实际情况调节),最后混炼成膜取下冷却,制得石墨烯含量为0.5wt%的石墨烯/聚苯乙烯复合导电薄膜,其厚度为1.0mm。

[0057] 经测试,该导电膜的体积电阻是 $1.5 \times 10^9 \Omega$,体积电阻率 $5.0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $7.0 \times 10^{10} \Omega$,表面电阻率 $5.0 \times 10^{12} \Omega / \square$ 。

[0058] 实施例5

[0059] 制备石墨烯/聚丙烯(PP)复合导电薄膜,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为2.5wt%。

[0060] 石墨烯的加入量为2.1g,双滚混炼温度170℃(聚丙烯熔点),其余的原料配比及制备方法同实施例4,制得石墨烯含量为2.5wt%的石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,其厚度为0.5mm。

[0061] 经测试,该导电膜的体积电阻是 $1.0 \times 10^5 \Omega$,体积电阻率 $8.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $3.0 \times 10^6 \Omega$,表面电阻率 $1.0 \times 10^8 \Omega / \square$ 。

[0062] 实施例6

[0063] 制备石墨烯/聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)复合导电薄膜材料,石墨烯在复合导电薄膜材料中含量为3.5wt%。石墨烯的加入量为2.974g,双滚混炼温度260℃(聚酯熔点),其余的原料配比及制备方法同实施例4,制得石墨烯含量为3.5wt%的石墨烯/聚氯乙烯复合导电薄膜,其厚度为1.5mm。

[0064] 经测试,该导电膜的体积电阻是10000 Ω ,体积电阻率 $2.5 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $1.5 \times 10^4 \Omega$,表面电阻率 $6.0 \times 10^5 \Omega / \square$ 。

[0065] 对比例1

[0066] 制备无石墨烯的PVC薄膜。制备DOP塑化的PVC树脂方法同实施例1,并混合均匀,将

粉料加入到小型精密双辊开炼机的双辊中,前后辊温度分别为170℃和168℃、转动速度比为1:1.1的条件下进行混炼5分钟左右(混炼过程中速度快慢可根据实际情况调节),制的纯PVC薄膜。

[0067] 经测试,该薄膜的体积电阻是 $1.987 \times 10^{11} \Omega$,体积电阻率 $5.9 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $2.567 \times 10^{11} \Omega$,表面电阻率 $1.6 \times 10^{13} \Omega / \square$ 。

[0068] 对比例2

[0069] 利用小型双辊混炼机制备石墨烯母料,再利用石墨烯母料制备石墨烯/PVC导电薄膜,石墨烯含量为2.5%。制备方法同实施例1。经测试,该导电薄膜的体积电阻是 $1.9 \Omega \times 10^{10}$,体积电阻率 $5.7 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$;表面电阻 $3.0 \times 10^{11} \Omega$,表面电阻率 $7.8 \times 10^{13} \Omega / \square$ 。

[0070] 实施例结果表明,本发明石墨烯与热塑性树脂聚合物复合的方法,将增塑剂和液体钙锌稳定剂经预先混合后,再加入PVC并在高速搅拌机中混合均匀后熟化,再将石墨烯加入到上述经熟化的PVC中,并在高速搅拌机中搅拌均匀,得到石墨烯/PVC复合粉末,最后经双辊混炼机混炼成石墨烯/热塑性树脂聚合物复合导电薄膜。上述的复合导电薄膜的体积电阻率及表面电阻率均达到 $10^6 \Omega \cdot \text{cm} (\Omega / \square)$ 以下,可以满足抗静电要求。该方法工艺简单易行,适合工业化规模生产。

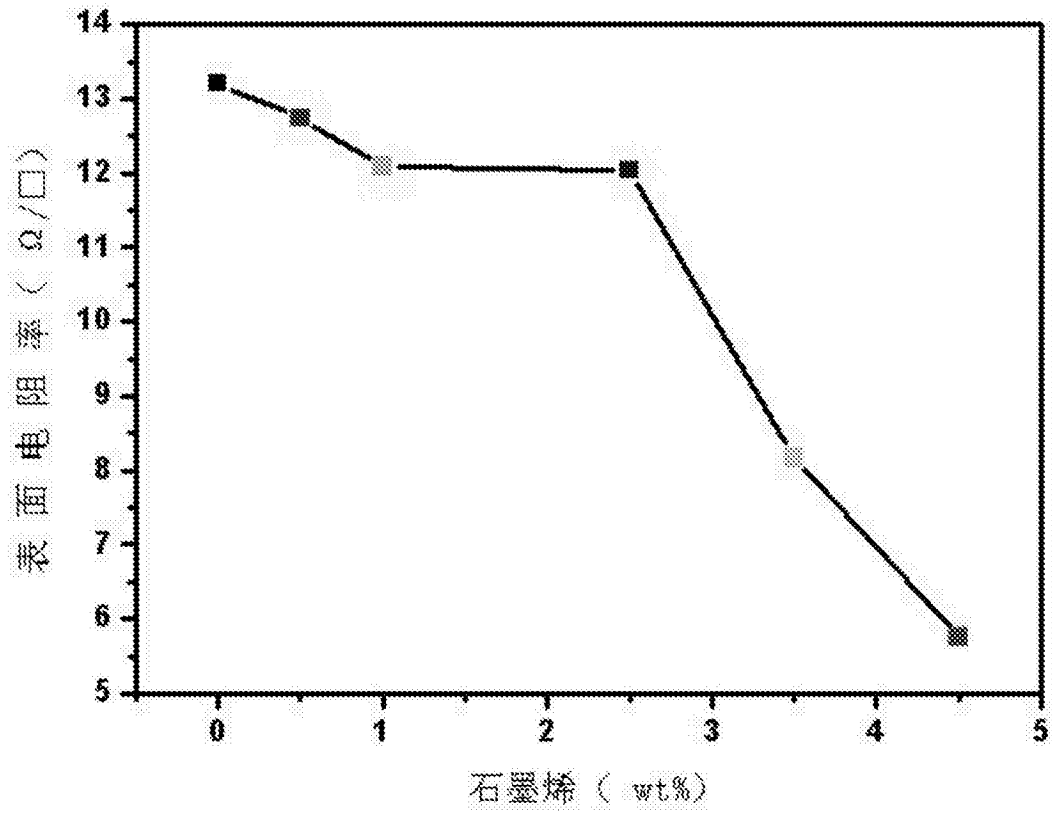


图1

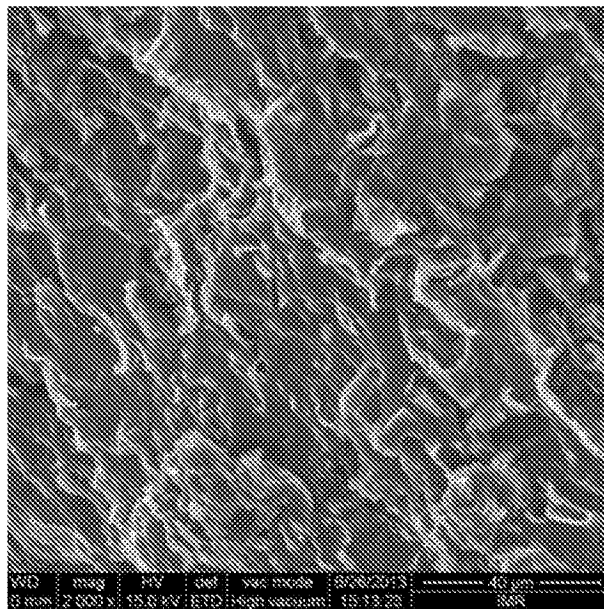


图2

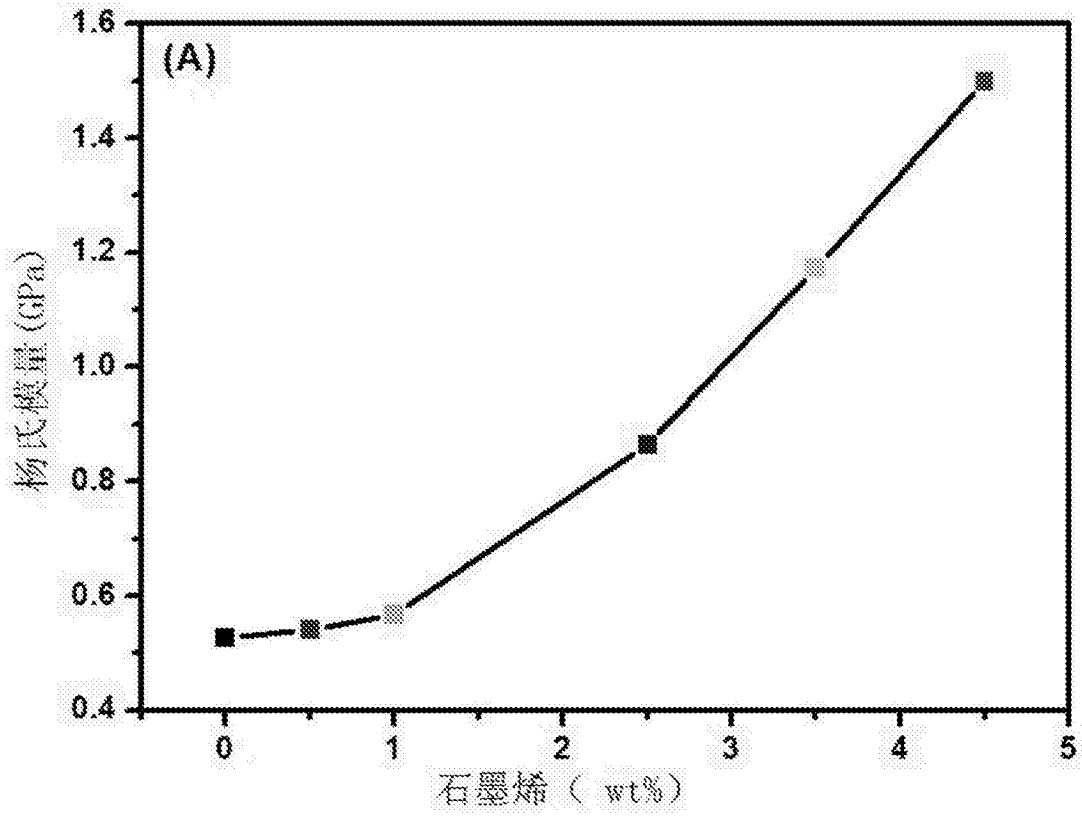


图3