



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104177827 B

(45)授权公告日 2016.08.17

(21)申请号 201410432068.7

C08K 7/06(2006.01)

(22)申请日 2014.08.28

C08J 5/06(2006.01)

(73)专利权人 上海特安纶纤维有限公司

审查员 刘铭霞

地址 200336 上海市长宁区虹桥路1488号
南楼104室

专利权人 上海大学

(72)发明人 汪晓峰 陈晟晖 陆顺兴 刘立起
俞鸣明 冯彬 任慕苏 孙晋良

(74)专利代理机构 北京金信知识产权代理有限
公司 11225

代理人 刘锋 黄小栋

(51)Int.Cl.

C08L 77/10(2006.01)

C08K 9/04(2006.01)

C08K 9/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料及其制备方法。所述芳砜纶基碳纤维增强复合材料由下述原料按质量百分比组成:芳砜纶短切纤维70-90%,短切碳纤维10-30%。本发明的芳砜纶基碳纤维增强复合材料采用下述方法制备而成:(1)将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维在预处理剂中进行超声,水洗,烘干;(2)热压成型。本发明利用芳纶和碳纤维为原料,采用热压工艺制备高性能工程塑料,具有良好的机械性能、耐热性和电绝缘性能,可用于电机、变压器等电工绝缘领域。

1. 一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料,其特征在于,由下述原料按质量百分比组成:芳砜纶短切纤维70-90%,短切碳纤维10-30%,所述芳砜纶短切纤维长度为4-8mm,短切碳纤维长度为4-8mm;

所述的芳砜纶基碳纤维增强复合材料的制备方法,由下述步骤组成:(1)将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维在预处理剂中进行超声,水洗,烘干;(2)热压成型;

所述预处理剂为二甲基乙酰胺、氮-甲基吡咯烷酮和水体积比为(1-3):(2-6):(10-20)的混合溶液;

所述步骤(1)中,超声时间为20-60min,烘干温度为180-220℃;

所述步骤(2)的热压成型,具体步骤为:加入到热压模具中,以1-3℃/min的升温速率升温至220-260℃,恒温3-10min,继续以1-3℃/min升温到340-380℃,施加瞬间压力50-70MPa,保持压力5-15min,然后以3-10℃/min的速率降温至25℃。

一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料及其制备方法

技术领域

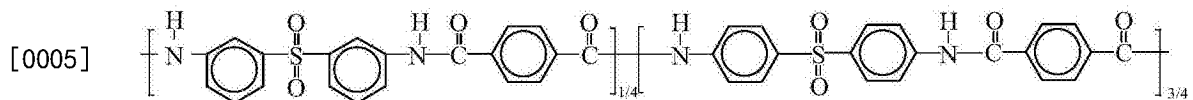
[0001] 本发明涉及机械制件材料技术领域,具体涉及一种复合材料及其制备方法,尤其涉及一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料及制备方法。

背景技术

[0002] 随着时下经济的飞速发展,各行各业对材料的要求越来越高,各种新型材料应运而生,而复合材料正是其中之一。碳纤维中碳元素质量分数占90%以上,碳原子间的结合方式不同,从而会形成不同的微观结构的物质。碳纤维在加热到350℃以上时就会发生不同程度的氧化,然而空气隔绝的环境中加热至380℃以上的高温后会发生升华,不会经历液态的形式,所以它不能像一般有机合成纤维那样在熔融状态进行纺丝制造,碳纤维的一般则是使用有机纤维的固相碳化或是低分子烃类气相热解生长来制造根据制备碳纤维的原料可分为洒青基碳纤维、聚丙烯基(PAN)碳纤维、纤维素基碳纤维等。碳纤维一般很少作为一种单一材料而进入应用领域,它多是作为金属、树脂、混凝土等材料的增强材料,具有密度小、比强度高、比模量高、热膨胀系数小、电导率高、电磁屏蔽性、耐疲劳、耐腐蚀和耐烧蚀等诸多优点。

[0003] 树脂基复合材料是由有机聚合物为基体的纤维增强材料。高性能树脂基复合材料目前通常采用有机树脂粉末或浆液预先制成胶膜,经与增强纤维覆合后,制成预浸料。然后,根据材料性能要求,进行铺层设计,在一定条件下,将有机树脂与增强纤维复合,成型,制成复合材料。也有少量报道采用纤维直接混合的方法制备复合材料,如:日本卡基集团与日本工业纤维大学联合报道了将聚酰胺纤维与碳纤维进行编织后,采用加热挤出的方法,使聚酰胺纤维完全熔融,与碳纤维复合,制备碳纤维增强聚酰胺树脂复合材料。相较于传统的制备方法,后者省略了树脂与纤维复合的工艺步骤,简化了制备工艺,是一种新型的复合材料制备方法。

[0004] 芳砜纶(PSA),其化学名称为对苯二甲酰3,3',4,4'二氨基-二苯砜共聚纤维,亦称聚芳砜酰胺纤维,其分子结构为:



[0006] 芳砜纶是我国具有自主知识产权的高性能纤维产品,具有优异的耐热性能(可在250℃下稳定地使用,短时间使用温度可达300℃)、电绝缘性能、耐腐蚀、难燃性和良好的尺寸稳定性等特点,已经应用在滤料、隔热材料、消防、防电弧服等领域。另外,由于芳砜纶具有优良的力学性能,可作为复合材料的骨架材料,目前由芳砜纶增强的树脂基复合材料已用于机械、航空、航天等高科技领域。然而,采用热压工艺将芳砜纶制备成热压材料在国内尚无报道,也未见相关产品。

[0007] 利用芳砜纶制备的热压材料是一种具有广阔应用前景的新型材料。研制芳砜纶热压材料将有效推动“以塑代钢”,对材料轻量化有积极推动作用。因此,研制芳砜纶热压材料是具有学术价值和实际应用价值的。

[0008] 目前,聚砜酰胺树脂经纺丝成型后制成各种纤维制品,已被广泛应用于航空、航天和国防军工等高科技领域。芳砜纶由于其自身结构,具有优异的耐热和阻燃特性,以及与其他材料良好相容性等特点,若能通过压制等成型工艺,制成各种不同功用的制件,必能赋予各种制件优异的性能,不仅能大大有助于国防建设,且有望在机械制备行业得以广泛应用。目前国内尚无芳砜纶热压件的制造能力,迫切需要加大在此方面投入,打破国际技术壁垒,快速提升加工制造能力,满足国民经济和军工装备相关要求。

[0009] 短纤维增强体在基体中离散分布,呈各向同性,短碳纤维在芳砜纶基体中的增强机理主要是利用界面载荷传递效应以及热失配导致位错密度增加而使材料所能承受的应力增加。在短纤维增强芳砜纶基复合材料中,由于芳砜纶纤维与碳纤维之间的热应力,引起碳纤维晶粒细化,使复合材料进一步强化。采用热压工艺对芳砜纶进行二次成型,制备一种新型的高性能工程塑料,能丰富芳砜纶下游产品,拓宽其应用领域,具有广阔应用前景。

发明内容

[0010] 一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料,由下述原料按质量百分比组成:芳砜纶短切纤维70-90%,短切碳纤维10-30%。

[0011] 所述芳砜纶短切纤维长度为4-8mm,短切碳纤维长度为4-8mm。

[0012] 一种芳砜纶基碳纤维增强复合材料的制备方法,由下述步骤组成:(1)将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维在预处理剂中进行超声,水洗,烘干;(2)热压成型。

[0013] 优选地,

[0014] 所述步骤(1)中,预处理剂为二甲基乙酰胺、氮-甲基吡咯烷酮和水中的一种或其混合。进一步地,所述预处理剂为二甲基乙酰胺、氮-甲基吡咯烷酮和水体积比为(1-3):(2-6):(10-20)的混合溶液。

[0015] 所述步骤(1)中,超声时间为20-60min,烘干温度为180-220℃。

[0016] 所述步骤(2)的热压成型,具体步骤为:将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维加入到热压模具中,以1-3℃/min的升温速率升温至220-260℃,恒温3-10min,继续以1-3℃/min升温到340-380℃,施加瞬间压力50-70MPa,保持压力5-15min,然后以3-10℃/min的速率降温至25℃。

[0017] 与现有技术相比,本发明的积极效果是:

[0018] (1)本发明所采用的聚砜酰胺纤维和短碳纤维为连续纤维,较聚砜酰胺纤维粉末和纯芳砜纶纤维具有更高的力学强度和弹性模量;将现代热压技术运用于高性能纤维制品的制备,得到新的制备芳砜纶基碳纤维增强复合材料热压制品的模压工艺;

[0019] (2)本发明所述制备工艺中,采用预处理剂对纤维进行表面处理。这种工艺不仅可除去纤维表面的纺丝助剂,避免热压过程中,因有机助剂挥发而在材料内部形成孔隙,提高材料的致密性;同时,预处理剂还能对纤维表面进行刻蚀,粗化纤维,增加碳纤维纤维与聚砜酰胺树脂间的界面结合强度,达到提高材料性能的目的,使之成为应用于特种场合的先进材料。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明作进一步描述。

[0021] 实施例1

[0022] 原料:芳砜纶短切纤维75wt%,短切碳纤维25wt%。所述的芳砜纶短切纤维和短切碳纤维长度为6mm。

[0023] 首先将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维混合,在预处理剂中进行超声0.5小时,用去离子水洗净,然后200℃烘干,加入到热压模具中,其体积密度为1.43g/cm³,以2.0℃/min的升温速率升温至240℃,恒温5min,同时排出空气,然后继续以2℃/min的升温速率升温到360℃,施加瞬间压力60MPa,保持压力10min,然后以5℃/min的速率降温至25℃,即可制得本发明的芳砜纶基碳纤维增强复合材料。

[0024] 预处理剂为二甲基乙酰胺和水体积比为3:7的混合溶液。

[0025] 经测试:本发明的芳砜纶基碳纤维增强复合材料的玻璃化转变温度达330℃,阻燃性能达V-0级,密度为1.43g/cm³,弯曲强度为145MPa,弯曲模量为4.2GPa。

[0026] 实施例2

[0027] 原料:芳砜纶短切纤维75wt%,短切碳纤维25wt%。所述的芳砜纶短切纤维和短切碳纤维长度为6mm。

[0028] 首先将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维混合,在预处理剂中进行超声0.5小时,用去离子水洗净,然后200℃烘干,加入到热压模具中,其体积密度为1.43g/cm³,以2.0℃/min的升温速率升温至240℃,恒温5min,同时排出空气,然后继续以2℃/min的升温速率升温到360℃,施加瞬间压力60MPa,保持压力10min,然后以5℃/min的速率降温至25℃,即可制得本发明的芳砜纶基碳纤维增强复合材料。

[0029] 预处理剂为氮-甲基吡咯烷酮和水体积比为3:7的混合溶液。

[0030] 经测试:该材料的玻璃化转变温度达320℃,阻燃性能达V-0级,密度为1.43g/cm³,弯曲强度为142MPa,弯曲模量为4.0GPa。

[0031] 实施例3

[0032] 原料:芳砜纶短切纤维75wt%,短切碳纤维25wt%。所述的芳砜纶短切纤维和短切碳纤维长度为6mm。

[0033] 首先将芳砜纶短切纤维和短切碳纤维混合,在预处理剂中进行超声0.5小时,用去离子水洗净,然后200℃烘干,加入到热压模具中,其体积密度为1.43g/cm³,以2.0℃/min的升温速率升温至240℃,恒温5min,同时排出空气,然后继续以2℃/min的升温速率升温到360℃,施加瞬间压力60MPa,保持压力10min,然后以5℃/min的速率降温至25℃,即可制得本发明的芳砜纶基碳纤维增强复合材料。

[0034] 预处理剂为二甲基乙酰胺、氮-甲基吡咯烷酮和水体积比为1:2:7的混合溶液。

[0035] 经测试:该材料的玻璃化转变温度达334℃,阻燃性能达V-0级,密度为1.43g/cm³,弯曲强度为150MPa,弯曲模量为4.8GPa。

[0036] 本发明,利用芳纶和碳纤维为原料,采用热压工艺制备高性能工程塑料,具有良好的机械性能、耐热性和电绝缘性能,可用于电机、变压器等电工绝缘领域。

[0037] 将实施例3与实施例1和2进行比较,意外地发现,在其他条件完全相同的情况下,采用二甲基乙酰胺、氮-甲基吡咯烷酮和水体系的预处理剂,效果明显优于二甲基乙酰胺和水体系的预处理剂、氮-甲基吡咯烷酮和水体系的预处理剂,特别是弯曲强度和弯曲模量大幅提高。

[0038] 比较例1

[0039] 将纯聚砒酰胺短纤维放入涂有脱模剂的模具中,将模具放置于平板硫化机的下加热板上,合模,加压至10MPa,成型,制得预制件,取出,待用。将模具加热至220℃,放入预制件,然后加热至320℃,保温60min,然后,加压之60MPa,保压15min,参照专利CN103381640A中实例一的方法冷却,制得聚砒酰胺纤维复合材料。

[0040] 该材料的玻璃化转变温度达321℃,阻燃性能达V-0级,密度为1.40g/cm³,弯曲强度为130MPa,弯曲模量为1.4GPa。

[0041] 比较例2

[0042] 将纯聚砒酰胺纤维粉末放入涂有脱模剂的模具中,将模具放置于平板硫化机的下加热板上,合模,加压至12MPa,成型,制得预制件,取出,待用。将模具加热至220℃,放入预制件,然后加热至350℃,保温20min,然后,加压之50MPa,保压5min,参照专利CN103381640A中实例二的方法冷却,制得聚砒酰胺纤维复合材料。

[0043] 该材料的玻璃化转变温度达321℃,阻燃性能达V-0级,密度为1.40g/cm³,弯曲强度为138MPa,弯曲模量为1.5GPa。

[0044] 表1:复合材料性能测试表

[0045]

	实施例1	实施例2	实施例3	比较例1	比较例2
玻璃化转变温度,℃	330	320	334	321	321
阻燃性能,级	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0
密度,g/cm ³	1.43	1.43	1.43	1.40	1.40
弯曲强度,MPa	145	142	150	130	138
弯曲模量,GPa	4.2	4.0	4.8	1.4	1.5