



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113956542 A

(43) 申请公布日 2022.01.21

(21) 申请号 202111303624.7

(22) 申请日 2021.11.05

(71) 申请人 派恩(中山)科技有限公司

地址 528400 广东省中山市火炬开发区祥  
兴路6号数贸大厦北翼5层507、508、  
509卡

(72) 发明人 苏杰龙 陈仕谋 刘泽云 卢云  
关丽云 刘耀东

(74) 专利代理机构 中山佳思智诚专利代理事务  
所(普通合伙) 44591

代理人 谢自知

(51) Int. Cl.

C08L 1/02 (2006.01)

C08L 1/04 (2006.01)

C08K 7/06 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种用于树脂增强的碳纤维复合材料

(57) 摘要

本发明涉及复合材料技术领域,尤其为一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,包括以下制作步骤:步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料,本发明中,通过上述技术方案生产的碳纤维复合材料,显著提升树脂材料的抗拉伸强度、柔韧性、耐磨性和耐高温性能。

1. 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,其特征在于:包括以下制作步骤:

步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料;

步骤二:制作纳米纤维素微晶:首先将漂白硫酸盐阔叶木浆撕碎后用磨粉机处理,获得纤维原料,然后将纤维原料置于三口烧杯中,加入盐酸溶液,然后浸入油浴锅中反应,同时调节机械搅拌速度,水解反应结束后加入大量去离子水终止反应,反应结束后,将获得的悬浮液加入去离子水搅拌均匀后过滤,然后将获得的稀释后的悬浮液使用高速离心机转速离心,去除上层清液,然后取出离心管下层的固体,用水稀释后用超声波细胞粉碎机作用10min-60min,获得盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A,然后将盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A稀释至浓度1-5mg/mL,调整pH至4-10,逐滴加入到强烈搅拌下的40°C-80°C的CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液中20mL-120mL浓度为1-5mg/mL反应1h-5h,反应结束后继续搅拌10h-20h,然后重复获得在水相中稳定存在的纳米纤维素微晶;

步骤三:制作碳纤维:将片状展开的碳纤维前体纤维束导入预氧化炉,在250°C~350°C的温度范围内对导入预氧化炉的碳纤维前体纤维束进行预氧化处理,将由预氧化处理获得的预氧化纤维束导入碳化炉,在500°C~2200°C的温度范围内对导入所述碳化炉的预氧化纤维束进行碳化处理,从而获得碳纤维;

步骤四:三元复合处理:在湿态下将纤维素纤维和纳米纤维素微晶与碳纤维共混,采用纸抄片方式进行片材加工,真空干燥后进一步破碎制备三元复合添加剂。

2. 根据权利要求1所述的一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,其特征在于:所述步骤一中在晾干时,使得木材原料的含水率达到12-18%,所述步骤一中在筛选时,筛选后的纤维细度为40-120目,所述木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液的重量比为1:12-15。

3. 根据权利要求1所述的一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,其特征在于:所述步骤二中油浴锅中的温度为80-120摄氏度,反应的时间为4小时,所述步骤二中离心管下层的固体稀释的质量浓度为1wt%-5wt%。

## 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料

### 技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料技术领域,具体为一种用于树脂增强的碳纤维复合材料。

### 背景技术

[0002] 目前用于树脂增强的功能添加剂多为单组分,如碳纳米管,碳纤维,纳米纤维素等,单一成分的添加剂虽然能起到提升树脂增强的作用,但也容易引起材料其他性能的下降,为了解决单一组分树脂增强剂的功效不足,多组分多功能型树脂改性添加剂具有巨大的工业价值和市场需求。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,以解决树脂在使用过程中性能的不稳定性和使用寿命周期过短的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0005] 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,包括以下制作步骤:

[0006] 步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料;

[0007] 步骤二:制作纳米纤维素微晶:首先将漂白硫酸盐阔叶木浆撕碎后用磨粉机处理,获得纤维原料,然后将纤维原料置于三口烧杯中,加入盐酸溶液,然后浸入油浴锅中反应,同时调节机械搅拌速度,水解反应结束后加入大量去离子水终止反应,反应结束后,将获得的悬浮液加入去离子水搅拌均匀后过滤,然后将获得的稀释后的悬浮液使用高速离心机转速离心,去除上层清液,然后取出离心管下层的固体,用水稀释后用超声波细胞粉碎机作用10min-60min,获得盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A,然后将盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A稀释至浓度1-5mg/mL,调整pH至4-10,逐滴加入到强烈搅拌下的40℃-80℃的CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液中20mL-120mL浓度为1-5mg/mL反应1h-5h,反应结束后继续搅拌10h-20h,然后重复获得在水相中稳定存在的纳米纤维素微晶;

[0008] 步骤三:制作碳纤维:将片状展开的碳纤维前体纤维束导入预氧化炉,在250℃~350℃的温度范围内对导入预氧化炉的碳纤维前体纤维束进行预氧化处理,将由预氧化处理获得的预氧化纤维束导入碳化炉,在500℃~2200℃的温度范围内对导入所述碳化炉的预氧化纤维束进行碳化处理,从而获得碳纤维;

[0009] 步骤四:三元复合处理:在湿态下将纤维素纤维和纳米纤维素微晶与碳纤维共混,采用纸抄片方式进行片材加工,真空干燥后进一步破碎制备三元复合添加剂。

[0010] 优选的,所述步骤一中在晾干时,使得木材原料的含水率达到12-18%,所述步骤

一中在筛选时,筛选后的纤维细度为40-120目,所述木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液的质量比为1:12-15。

[0011] 优选的,所述步骤二中油浴锅中的温度为80-120摄氏度,反应的时间为4小时,所述步骤二中离心管下层的固体稀释的质量浓度为1wt%-5wt%。

[0012] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0013] 本发明中,通过上述技术方案生产的碳纤维复合材料,显著提升树脂材料的抗拉伸强度、柔韧性、耐磨性和耐高温性能。

### 具体实施方式

[0014] 实施例1:本发明提供一种技术方案:

[0015] 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,包括以下制作步骤:

[0016] 步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料;

[0017] 步骤二:制作纳米纤维素微晶:首先将漂白硫酸盐阔叶木浆撕碎后用磨粉机处理,获得纤维原料,然后将纤维原料置于三口烧杯中,加入盐酸溶液,然后浸入油浴锅中反应,同时调节机械搅拌速度,水解反应结束后加入大量去离子水终止反应,反应结束后,将获得的悬浮液加入去离子水搅拌均匀后过滤,然后将获得的稀释后的悬浮液使用高速离心机转速离心,去除上层清液,然后取出离心管下层的固体,用水稀释后用超声波细胞粉碎机作用40min,获得盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A,然后将盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A稀释至浓度4mg/mL,调整pH至8,逐滴加入到强烈搅拌下的70°C的CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液中100mL浓度为4mg/mL反应4h,反应结束后继续搅拌12h,然后重复获得在水相中稳定存在的纳米纤维素微晶;

[0018] 步骤三:制作碳纤维:将片状展开的碳纤维前体纤维束导入预氧化炉,在350°C的温度范围内对导入预氧化炉的碳纤维前体纤维束进行预氧化处理,将由预氧化处理获得的预氧化纤维束导入碳化炉,在1800°C的温度范围内对导入所述碳化炉的预氧化纤维束进行碳化处理,从而获得碳纤维;

[0019] 步骤四:三元复合处理:在湿态下将纤维素纤维和纳米纤维素微晶与碳纤维共混,采用纸抄片方式进行片材加工,真空干燥后进一步破碎制备三元复合添加剂。

[0020] 本发明中,通过上述技术方案生产的碳纤维复合材料,显著提升树脂材料的抗拉伸强度、柔韧性、耐磨性和耐高温性能。

[0021] 所述步骤一中在晾干时,使得木材原料的含水率达到18%,所述步骤一中在筛选时,筛选后的纤维细度为120目,所述木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液的质量比为1:15,所述步骤二中油浴锅中的温度为120摄氏度,反应的时间为4小时,所述步骤二中离心管下层的固体稀释的质量浓度为5wt%。

[0022] 实施例2:本发明提供一种技术方案:

[0023] 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,包括以下制作步骤:

[0024] 步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料;

[0025] 步骤二:制作纳米纤维素微晶:首先将漂白硫酸盐阔叶木浆撕碎后用磨粉机处理,获得纤维原料,然后将纤维原料置于三口烧杯中,加入盐酸溶液,然后浸入油浴锅中反应,同时调节机械搅拌速度,水解反应结束后加入大量去离子水终止反应,反应结束后,将获得的悬浮液加入去离子水搅拌均匀后过滤,然后将获得的稀释后的悬浮液使用高速离心机转速离心,去除上层清液,然后取出离心管下层的固体,用水稀释后用超声波细胞粉碎机作用40min,获得盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A,然后将盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A稀释至浓度4mg/mL,调整pH至8,逐滴加入到强烈搅拌下的70°C的CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液中100mL浓度为4mg/mL反应4h,反应结束后继续搅拌12h,然后重复获得在水相中稳定存在的纳米纤维素微晶;

[0026] 步骤三:制作碳纤维:将片状展开的碳纤维前体纤维束导入预氧化炉,在350°C的温度范围内对导入预氧化炉的碳纤维前体纤维束进行预氧化处理,将由预氧化处理获得的预氧化纤维束导入碳化炉,在1800°C的温度范围内对导入所述碳化炉的预氧化纤维束进行碳化处理,从而获得碳纤维;

[0027] 步骤四:三元复合处理:在湿态下将纤维素纤维和纳米纤维素微晶与碳纤维共混,采用纸抄片方式进行片材加工,真空干燥后进一步破碎制备三元复合添加剂。

[0028] 本发明中,通过上述技术方案生产的碳纤维复合材料,显著提升树脂材料的抗拉伸强度、柔韧性、耐磨性和耐高温性能。

[0029] 所述步骤一中在晾干时,使得木材原料的含水率达到15%,所述步骤一中在筛选时,筛选后的纤维细度为80目,所述木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液的重重量比为1:13,所述步骤二中油浴锅中的温度为100摄氏度,反应的时间为4小时,所述步骤二中离心管下层的固体稀释的质量浓度为3wt%。

[0030] 实施例3:本发明提供一种技术方案:

[0031] 一种用于树脂增强的碳纤维复合材料,包括纤维素纤维、纳米纤维素微晶和碳纤维,包括以下制作步骤:

[0032] 步骤一:制作纤维素纤维:首先选用木材纸浆纤维为原料,在分散状态下自然晾干,然后将自然晾干的木材纸浆纤维粉碎,然后进行筛选,然后在反应容器中加入筛选后的木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液,然后添加纤维素酶到反应器中,酶处理后的木材纸浆纤维自然晾干后采用高压纳米均质器或超声波细胞破碎仪机械加工的方式将其制造成纤维素微纳米材料;

[0033] 步骤二:制作纳米纤维素微晶:首先将漂白硫酸盐阔叶木浆撕碎后用磨粉机处理,获得纤维原料,然后将纤维原料置于三口烧杯中,加入盐酸溶液,然后浸入油浴锅中反应,同时调节机械搅拌速度,水解反应结束后加入大量去离子水终止反应,反应结束后,将获得

的悬浮液加入去离子水搅拌均匀后过滤,然后将获得的稀释后的悬浮液使用高速离心机转速离心,去除上层清液,然后取出离心管下层的固体,用水稀释后用超声波细胞粉碎机作用40min,获得盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A,然后将盐酸纳米微晶纤维素HCNC样品A稀释至浓度4mg/mL,调整pH至8,逐滴加入到强烈搅拌下的70°C的CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液中100mL浓度为4mg/mL反应4h,反应结束后继续搅拌12h,然后重复获得在水相中稳定存在的纳米纤维素微晶;

[0034] 步骤三:制作碳纤维:将片状展开的碳纤维前体纤维束导入预氧化炉,在350°C的温度范围内对导入预氧化炉的碳纤维前体纤维束进行预氧化处理,将由预氧化处理获得的预氧化纤维束导入碳化炉,在1800°C的温度范围内对导入所述碳化炉的预氧化纤维束进行碳化处理,从而获得碳纤维;

[0035] 步骤四:三元复合处理:在湿态下将纤维素纤维和纳米纤维素微晶与碳纤维共混,采用纸抄片方式进行片材加工,真空干燥后进一步破碎制备三元复合添加剂。

[0036] 本发明中,通过上述技术方案生产的碳纤维复合材料,显著提升树脂材料的抗拉伸强度、柔韧性、耐磨性和耐高温性能。

[0037] 所述步骤一中在晾干时,使得木材原料的含水率达到12%,所述步骤一中在筛选时,筛选后的纤维细度为40目,所述木材纸浆纤维和pH4.8的柠檬酸磷酸氢二钠缓冲液的质量比为1:12,所述步骤二中油浴锅中的温度为80摄氏度,反应的时间为4小时,所述步骤二中离心管下层的固体稀释的质量浓度为1wt%。

[0038] 本文中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述,以上实例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,由于文字表达的有限性,而客观上存在无限的具体结构,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进、润饰或变化,也可以将上述技术特征以适当的方式进行组合;这些改进润饰、变化或组合,或未经改进将发明的构思和技术方案直接应用于其它场合的,均应视为本发明的保护范围。