



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106830693 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(21)申请号 201611263170.4

(22)申请日 2016.12.30

(71)申请人 雷笑天

地址 213187 江苏省常州市钟楼区五星街
道汤家村委宣庄村75号

(72)发明人 雷笑天 宋昊

(51)Int.Cl.

C03C 13/02(2006.01)

C03C 1/02(2006.01)

C03B 37/022(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种高强度导电玻璃纤维的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种高强度导电玻璃纤维的制备方法,属于玻璃纤维技术领域。本发明提供了一种利用石英砂和钙长石作为基料,通过高温熔融混合后,使用硫酸溶液溶解,形成介孔二氧化硅,随后通过添加表面活性导向剂及氯化铜结晶助剂,在高温高压下形成的硫酸钙晶须结合铜离子负载于介孔二氧化硅内部,提高力学性能及导电性,最后与氧化铝等原料及助剂混合,制备得高强度导电玻璃纤维,本发明制备的高强度导电玻璃纤维力学性能高,耐磨性和耐洗涤性好,导电性能高。

1. 一种高强度导电玻璃纤维的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 按质量比2:3~2:5,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1750~1780℃,保温熔融40~50min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔融混合物质量4~6倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨2~3h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;

(2) 按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容器置于超声波震荡器中,设定频率为2.0~2.2MHz,震荡30~40min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量5~8%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量4~6%的氯化铜,继续震荡1~2h;

(3) 在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量1~2倍的水放入反应釜中,设定温度为145~150℃,压力为1.1~1.3MPa,以100r/min搅拌9~10h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥2~3h,收集干燥物;

(4) 按重量份数计,取50~60份上述干燥物、20~25份氧化铝、12~15份硼砂、7~9份水、4~7份氧化锆、3~5份氧化锂及1~4份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1300~1350℃,熔融3~6h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1200~1250℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

一种高强度导电玻璃纤维的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高强度导电玻璃纤维的制备方法,属于玻璃纤维技术领域。

背景技术

[0002] 玻璃纤维是无机非金属材料中的一种新型功能材料和结构材料。由于它具有不燃性、耐高温、抗腐蚀、强度高、密度小、吸湿低及延伸小等一系列优异特性,已广泛应用于传统工业、农业、建筑业以及电子、通讯、核能、航空、航天、兵器、舰艇及海洋开发、遗传工程等高科技产业,成为21世纪人类不可缺少的可持续发展的高新技术材料。近年来,许多研究者尝试通过现代化学、物理等方法改性玻璃纤维,制备导电玻璃纤维作为高分子复合材料的导电填料的材料,用于解决电磁波污染问题。化学镀作为材料表面金属化处理技术,已经成为制备导电玻璃纤维常用的技术之一,但是传统的玻璃纤维化学镀因其施镀过程中需要对基体进行粗花、敏化、活化处理,不仅工艺复杂,而且活化过程中需要的重金属钯价格昂贵,这些都限制了化学镀法制备导电玻璃纤维的进一步发展。

[0003] 镀金属导电层的情况下,金属中导电率较高的有Ag、Cu、Al、Ni,但由于银将导致镀膜成本过高所以限制了其应用;镀铜、铝玻璃纤维具有较好的导电性能,但放置一段时间或经热处理后其导电性急剧下降;这是由于新制备的铜、铝镀层具有较高的表面静电吸尘性能和氧化性能,容易从周围环境中吸收杂质或被氧化形成氧化层影响导电性;镀镍层不像镀铜、铝层容易氧化,但是镍的电导率较低;总之,镀金属的工艺过程很复杂,并且价格昂贵;同时,玻璃纤维表面镀上金属后,经摩擦和洗涤后导电物质易剥落,耐磨性和耐洗涤性差,导致玻璃纤维的力学性能降低,影响了玻璃纤维的使用性能。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题:针对传统制备导电纤维通常采用化学镀,在玻璃纤维表面镀上金属后,经摩擦和洗涤后导电物质易剥落,耐磨性和耐洗涤性差,导致纤维的力学性能降低,影响玻璃纤维使用性能的问题,本发明提供了一种利用石英砂和钙长石作为基料,通过高温熔融混合后,使用硫酸溶液溶解,形成介孔二氧化硅,随后通过添加表面活性剂及氯化铜结晶助剂,在高温高压下形成的硫酸钙晶须结合铜离子负载于介孔二氧化硅内部,提高力学性能及导电性,最后与氧化铝等原料及助剂混合,制备得高强度导电玻璃纤维,本发明制备的高强度导电玻璃纤维力学性能高,耐磨性和耐洗涤性高,导电性能好。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用如下所述的技术方案是:

(1) 按质量比2:3~2:5,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1750~1780℃,保温熔融40~50min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔融混合物质量4~6倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨2~3h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;

(2) 按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容

器置于超声波震荡器中,设定频率为2.0~2.2MHz,震荡30~40min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量5~8%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量4~6%的氯化铜,继续震荡1~2h;

(3)在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量1~2倍的水放入反应釜中,设定温度为145~150℃,压力为1.1~1.3MPa,以100r/min搅拌9~10h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥2~3h,收集干燥物;

(4)按重量份数计,取50~60份上述干燥物、20~25份氧化铝、12~15份硼砂、7~9份水、4~7份氧化锆、3~5份氧化锂及1~4份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1300~1350℃,熔融3~6h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1200~1250℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

[0006] 经检测本发明制备的高强度导电玻璃纤维得:电阻率为 $0.69\sim 1.23\times 10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$,150℃处理本发明制备的高强度导电玻璃纤维15min,电阻率为 $1.19\sim 2.16\times 10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$,拉伸强度为6000~6800MPa,耐磨性提高2~4倍,且导电物不会析出或被剥夺。

[0007] 本发明与其他方法相比,有益技术效果是:

(1)本发明制备的高强度导电玻璃纤维力学性能高,耐磨性和耐洗涤性高,导电性能好;

(2)本发明制备的高强度导电玻璃纤维操作简单,适用性强,纤维性能损失少,质量可靠,并且可以减少环境污染,适用于工业化生产。

具体实施方式

[0008] 按质量比2:3~2:5,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1750~1780℃,保温熔融40~50min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔融混合物质量4~6倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨2~3h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;

按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容器置于超声波震荡器中,设定频率为2.0~2.2MHz,震荡30~40min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量5~8%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量4~6%的氯化铜,继续震荡1~2h;在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量1~2倍的水放入反应釜中,设定温度为145~150℃,压力为1.1~1.3MPa,以100r/min搅拌9~10h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥2~3h,收集干燥物;按重量份数计,取50~60份上述干燥物、20~25份氧化铝、12~15份硼砂、7~9份水、4~7份氧化锆、3~5份氧化锂及1~4份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1300~1350℃,熔融3~6h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1200~1250℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

[0009] 实例1

按质量比2:3,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1750℃,保温熔融40min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔

融混合物质量4倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨2h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容器置于超声波震荡器中,设定频率为2.0MHz,震荡30min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量5%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量4%的氯化铜,继续震荡1h;在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量1倍的水放入反应釜中,设定温度为145℃,压力为1.1MPa,以100r/min搅拌9h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥2h,收集干燥物;按重量份数计,取50份上述干燥物、20份氧化铝、12份硼砂、7份水、4份氧化锆、3份氧化锂及1份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1300℃,熔融3h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1200℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

[0010] 经检测本发明制备的高强度导电玻璃纤维得:电阻率为 $0.69 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,150℃处理本发明制备的高强度导电玻璃纤维15min,电阻率为 $1.19 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,拉伸强度为6000MPa,耐磨性提高2倍,且导电物不会析出或被剥夺。

[0011] 实例2

按质量比2:5,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1780℃,保温熔融50min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔融混合物质量6倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨3h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容器置于超声波震荡器中,设定频率为2.2MHz,震荡40min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量8%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量6%的氯化铜,继续震荡2h;在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量2倍的水放入反应釜中,设定温度为150℃,压力为1.3MPa,以100r/min搅拌10h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥3h,收集干燥物;按重量份数计,取60份上述干燥物、25份氧化铝、15份硼砂、9份水、7份氧化锆、5份氧化锂及4份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1350℃,熔融6h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1250℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

[0012] 经检测本发明制备的高强度导电玻璃纤维得:电阻率为 $1.23 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,150℃处理本发明制备的高强度导电玻璃纤维15min,电阻率为 $2.16 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,拉伸强度为6800MPa,耐磨性提高4倍,且导电物不会析出或被剥夺。

[0013] 实例3

按质量比2:4,取石英砂和钙长石混合均匀,放入感应炉中,设定温度为1770℃,保温熔融45min,自然冷却至室温,收集感应炉中的熔融混合物,放入球磨机中,向球磨机中加入熔融混合物质量5倍的直径为50mm的钢球,以300r/min球磨3h,再对球磨混合物过200目筛,收集过筛颗粒;按质量比1:3,将上述过筛颗粒与质量分数为75%的硫酸溶液放入容器中,并将容器置于超声波震荡器中,设定频率为2.1MHz,震荡35min,再分别向容器中加入上述过筛颗粒质量7%的十八烷基三甲基溴化铵及上述过筛颗粒质量5%的氯化铜,继续震荡2h;在上述震荡结束后,将容器中的混合物与混合物质量2倍的水放入反应釜中,设定温度为

148℃,压力为1.2MPa,以100r/min搅拌10h,随后降压至标准大气压,趁热出料,收集出料物并趁热过滤,将滤渣放入300℃干燥箱中干燥3h,收集干燥物;按重量份数计,取55份上述干燥物、23份氧化铝、13份硼砂、8份水、6份氧化锆、4份氧化锂及3份硫酸钡,放入粉碎机进行粉碎,收集混合料,将混合料放入模具中,并将模具置于熔炼炉,设定温度为1330℃,熔融5h,随后将坩埚取出,再将坩埚中的熔融物放入拉丝机中,设定拉丝机温度为1230℃,以1200r/min进行拉丝,收集拉丝物,即可得高强度导电玻璃纤维。

[0014] 经检测本发明制备的高强度导电玻璃纤维得:电阻率为 $1.05 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,150℃处理本发明制备的高强度导电玻璃纤维15min,电阻率为 $1.68 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$,拉伸强度为6630MPa,耐磨性提高3倍,且导电物不会析出或被剥夺。