



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102216507 A

(43) 申请公布日 2011. 10. 12

(21) 申请号 200980145510. 5

(22) 申请日 2009. 11. 10

(30) 优先权数据

61/114720 2008. 11. 14 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2011. 05. 13

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2009/063854 2009. 11. 10

(87) PCT申请的公布数据

W02010/056659 EN 2010. 05. 20

(71) 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 M·R·列维特

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 孟慧岚 李炳爱

(51) Int. Cl.

D04H 1/42(2006. 01)

D04H 1/54(2006. 01)

D04H 1/58(2006. 01)

A61C 13/30(2006. 01)

D21H 13/26(2006. 01)

D21H 27/30(2006. 01)

D21J 1/20(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

具有改进的压缩性能的片材结构的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及制备片材结构的方法,该方法包括以下步骤:a)将多个层片合并,所述层片包含热稳定的絮凝物和至少10重量%的芳族聚酰胺纤条体,并且所述层片进一步具有介于25和95体积%的孔隙率和1.5至7重量%的含水量;b)将合并的多个层片放入热压机中从而将所述层片一起热层压,所述热压机具有250至400摄氏度的温度;c)通过在至少1.3MPa的压力下压缩所述层片,同时在250至400摄氏度的温度下加热所述层片来在热压机中热层压所述多个层片,从而形成片材结构;并且d)在所述片材结构上保持至少1.3MPa的恒定压力,同时将所述结构冷却至低于100摄氏度的温度。

1. 制备片材结构的方法,所述方法包括以下步骤:
 - a) 将多个层片合并,所述层片包含热稳定的絮凝物和至少 10 重量%的芳族聚酰胺纤条体,所述层片还具有介于 25 和 95 体积%的孔隙率和 1.5 至 7 重量%的含水量;
 - b) 将所述合并的多个层片提供给热压机以将所述层片热层压在一起,所述热压机具有 250 至 400 摄氏度的温度;
 - c) 通过在至少 1.3MPa 的压力下压缩所述层片,同时在 250 至 400 摄氏度的温度下加热所述层片而在热压机中热层压所述多个层片,以形成片材结构;
 - d) 在所述片材结构上保持至少 1.3MPa 的恒定压力,同时将所述片材结构冷却至低于 100 摄氏度的温度。
2. 权利要求 1 的方法,其中在所述步骤 c) 和 d) 中的压力是相同的。
3. 权利要求 1 的方法,其中在具有加热区和冷却区的压带机上进行所述热层压和冷却,同时将所述片材结构保持在基本恒定的压力下。
4. 权利要求 1 的方法,其中在冷却步骤 d) 之后,所述片材结构在冷却后具有至少 1 重量%的含水量。
5. 权利要求 1 的方法,其中选择所述层压压力、层压温度、和 / 或时间,使得最终的片材结构具有 30 体积%或更小的孔隙率。
6. 权利要求 5 的方法,其中选择所述层压压力、层压温度、和 / 或时间,使得所述最终的片材结构具有 25 体积%或更小的孔隙率。
7. 权利要求 1 的方法,其中所述芳族聚酰胺纤条体为聚(间苯二甲酰间苯二胺)纤条体。
8. 权利要求 1 的方法,其中所述热稳定的絮凝物选自芳族聚酰胺纤维、玻璃纤维、碳纤维、含氟聚合物纤维、聚酰亚胺纤维、液晶聚酯纤维、聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维、聚丙烯腈纤维、以及它们的混合物。
9. 权利要求 8 的方法,其中所述芳族聚酰胺纤维为聚(间苯二甲酰间苯二胺)纤维。
10. 权利要求 1 的方法,其中选择所述多个层片,使得冷却后的所述片材结构为具有 0.90mm 或更大厚度的压板。
11. 权利要求 10 的方法,其中所述厚度为 0.90mm 和 10.0mm。
12. 权利要求 1 的方法,其中选择所述多个层片,使得冷却后的所述片材结构为具有 0.05mm 至最多 0.90mm 厚度的纸材。
13. 权利要求 12 的方法,其中所述厚度为 0.40mm 和 0.9mm。

具有改进的压缩性能的片材结构的制备方法

[0001] 发明背景

[0002] 1. 发明领域

[0003] 本发明涉及具有改进的局部层片分层性能和压缩性能的片材结构及其制备方法。这些片材结构包括可适用于电绝缘、复合结构、以及其他应用的纸材和压板。

[0004] 2. 相关技术的描述

[0005] 包含芳族聚酰胺纤条体的厚片材结构通常通过使用湿法工艺来制备材料的层片，然后将所述材料的多重层片进行热压或压实来形成。此类具有至多约 0.9-1.0mm 的最终平均或标称厚度的多重层片的片材结构通常被称为纸材。如果最终平均或标称厚度为 0.9-1.0mm 或更大，该片材结构通常被称为压板。

[0006] 如果在最终片材结构中层片层之间的粘附力（即层片粘附力）既不足够高也不均匀，则在该片材结构上的附加工序例如裁切为窄条和 / 或小部件的穿孔可导致片材结构的分层以及该部件的损失。具体地讲，对较小穿孔部件的期望以及对高速穿孔操作的使用均需要改进的局部层片粘附力。这些穿孔操作还需要片材结构平坦并且不变形；否则不可能制备精确尺寸和必要形状的最终部件。

[0007] 将层片层进行热层压从而制备芳族聚酰胺压板的示例性方法公开于授予 Provost 的美国专利 4,752,355、和授予 Hendren 的美国专利 5,076,887 和 5,089,088。这些方法都需要在所述热层压之前且在 270 至 320 摄氏度的温度下从层片中除去水分。授予 Hayes 的制备厚纸材的美国专利 4,481,060 是在层压前完全干燥层片的需求的例证，常规的观点是一旦热片材结构离开高压区域，层片中包含的任何过量的水分就将闪蒸，从而导致片材中的区域分层，并且产生本领域中通常所说的“泡罩”，使得纸材或压板无法使用。授予 Memeger 的美国专利 4,515,656 对该效应进行了说明，其中粘着的、膨胀的、高度中空的片材（通常不可用于压板）通过以下方法制备：提高片材中的水含量至按重量计至少 60%，在压力和温度下加热该湿片材，从而迅速地将水蒸发，并且同时使片材膨胀。该方法在层片内和层片间形成了无规膨胀的宏单元。

[0008] 然而，未审查的日本专利公布昭 54-50613 公开了芳香族聚酰胺纸材层压的材料的制作方法，其中将水、或者水和溶于水的有机溶剂加入到芳香族聚酰胺纸材中从而将该纸材的含水量提高至 6 至 30 重量%。然后将这些湿纸材中的若干个一起成层，然后将组合层在常温（室温）下进行第一压缩，然后将该层加热至低温，同时保持对组合层的压缩。所述低温低于本公布中所谓的“芳香族聚酰胺的熔融温度”并且在 150 至 230℃ 的范围内，优选在 170 至 190℃ 的范围内。在所述低温热压之后，冷却到 100℃ 或更低，同时保持对分层材料的压力。最初的两个步骤，即在室温下未加热压缩中的第一压缩步骤和随后在低温下进行后续的轻度加热的第二步，据说与其他方法相比在低温下制备了分层材料。

[0009] 遗憾的是，该方法产生了具有高压缩率的分层材料，正如公开内容中的实例所显示的那样。所述分层材料具有在 15 至 23% 范围内的压缩率。该材料可压缩性过高并且刚性不足，以至于无法适于作为电绝缘体例如隔片和 / 或棒状物、或者需要最小压缩率和压缩形变的其他结构的组件。

[0010] 所以,所需的是致密片材结构,例如具有改进的层片粘附力和足够的压缩特性的厚纸材和压板的改进的制备方法。

[0011] 发明概述

[0012] 在一个实施方案中,本发明涉及制备片材结构的方法,该方法包括以下步骤:

[0013] a) 将多个层片合并,所述层片包含热稳定的絮凝物和至少 10 重量%的芳族聚酰胺纤条体,并且所述层片进一步具有介于 25 和 95 体积%的孔隙率和 1.5 至 7 重量%的含水量;

[0014] b) 将合并的多个层片放入热压机中从而将所述层片一起热层压,所述热压机具有 250 至 400 摄氏度的温度;

[0015] c) 通过在至少 1.3MPa 的压力下压缩所述层片,同时在 250 至 400 摄氏度的温度下加热所述层片来在热压机中热层压所述多个层片,从而形成片材结构;以及

[0016] d) 在所述片材结构上保持至少 1.3MPa 的恒定压力,同时将所述结构冷却至低于 100 摄氏度的温度。

[0017] 发明详述

[0018] 本发明涉及改进的制备致密片材结构例如纸材和 / 或压板的方法,所述结构具有改进的层片粘附力并且由此具有改进的局部分层性能,同时还具有改进的压缩特性,尤其是改进的压缩形变。所谓层片粘附力是指根据 ASTM D 952-02 测量的所述片材的 Z 方向上结构的分层中的峰值载荷。

[0019] 所述改进的制备多层片片材结构的方法包括以下步骤:将包含芳族聚酰胺纤条体和热稳定的絮凝物多个层片合并,所述层片具有 1.5 至 7 重量%的含水量;在保持所述片材在压力下的同时,在高温下将所述多个层片热层压足以形成片材结构的时间,然后将该结构冷却至低于 100°C 的温度,同时保持在所述片材结构上的压力。在一些实施方案中,在压缩循环的终点时所得的片材结构在片材结构中具有至少 1% 的水分。所得的具有 40 重量%或更多纤条体并且致密得达到 25 体积%或更小的孔隙率的片材结构具有如以下公式所定义的层片粘附力 (Y),单位为兆帕:

$$[0020] \quad Y > 2.97 (X)^{(-0.25)}$$

[0021] 其中 (X) 为压板的厚度,单位为毫米;所述压板可具有 1.6% 或更小的压缩率和 0.18% 或更小的压缩形变。

[0022] 通过该方法制备的压板具有惊人的并且非常期望的压缩特性。具有低压缩率和低压缩形变的压板意味着所述压板的厚度量纲在电气器件的设计中用作隔片时更稳定并且更有效。在一些实施方案中,压缩形变为 0.18% 或更小,所述压缩形变在电力预留容积下可能的压力和一些其他事件期间为不可逆的压缩变形。在一些实施方案中,所述压板的压缩率也是低的,为 1.6% 或更小。

[0023] 在所述片材结构中使用的层片可通过干法成网或湿法成网的方法来形成。在一些实施方案中,使用湿法成网的方法来在从实验室筛选至商业级的造纸机器(例如长网造纸机、滚筒机、或斜网纸机)的任何等级的设备上形成芳族聚酰胺片材。一般的方法涉及在含水液体中制备芳族聚酰胺纤条体、热稳定纤维以及其他可能的成分的分散体,将液体从所述分散体中排出以获得湿组合物,并且干燥所述湿纸组合物。分散体可通过分散纤维然后添加纤条体材料,或者通过分散纤条体然后添加纤维来制备。所述分散体也可以通过将纤

维分散体与纤条体分散体合并来制备。分散体中的纤维浓度按分散体的总重量计可在 0.01 至 1.0 重量%的范围内。纤条体在所述分散体中的浓度按固体的总重量计可为至多 90 重量%。可向纸组合物中添加具有粉末或纤维形式的附加成分,例如用于调节片材传导性和其他特性的填料、颜料、抗氧化剂等。

[0024] 分散体中的含水液体一般为水,但是可包括各种其他物质,如 pH 调节物质、成型助剂、表面活性剂、消泡剂等。含水液体通常按如下方式从分散体排出:将分散体引导至筛网或其他有孔支撑件上,保留分散的固体,然后使液体流过,从而得到湿纸组合物。一旦所述湿纸组合物在载体上形成,就通常进一步使用真空或其他压力将其脱水并且通过将剩余液体蒸发来进一步进行干燥从而形成在所述片材结构中使用的层片。

[0025] 所述层片包含至少 10 重量%的芳族聚酰胺纤条体,并且剩余物一般是热稳定的絮凝物。如本文所用,术语“纤条体”是指小的薄膜状的基本上为二维颗粒的细分聚合物产物,其具有约 100 至 1000 微米的长度和宽度和仅约 0.1 至 1 微米的厚度。纤条体通过使聚合物溶液流动至与该溶液的溶剂不混溶的液体的凝固浴中来制得。聚合物溶液流在聚合物凝固时经历剧烈剪切力和紊流。在一些实施方案中,所述层片包含至少 40 重量%的芳族聚酰胺纤条体。当例如在压板中期望极刚性的片材结构时,这些具有较高的纤条体含量的层片是最有用的。

[0026] 可用于所述芳族聚酰胺纤条体的合适的芳族聚酰胺聚合物是聚酰胺,其中至少 85%的酰胺(-CO-NH-)键直接连接至两个芳族环。添加剂可用于芳族聚酰胺,并且已经发现,多至 10 重量%的其他聚合材料可与芳族聚酰胺共混。可使用其中多至 10%的其他二胺取代了芳族聚酰胺的二胺或者其中多至 10%的其他二甲酰氯取代了芳族聚酰胺的二甲酰氯的共聚物。在一些优选的实施方案中,所述芳族聚酰胺纤条体包括间位芳族聚酰胺聚合物,并且在一些最优选的实施方案中,所述间位芳族聚酰胺聚合物是聚(间苯二甲酰间苯二胺)。

[0027] 多至且包括 90 重量%的单独层片的组合物包括热稳定的絮凝物或者热稳定的絮凝物的混合物。所谓“絮状物”是指具有 2 至 25 毫米、优选 3 至 7 毫米的长度以及 3 至 20 微米、优选 5 至 14 微米的直径的纤维。如果絮状物长度小于 3 毫米,则其对最终的层压结构强度的影响将不够大;如果其长度大于 25 毫米,则难以通过湿法成网法来形成均匀的纤维网。如果絮状物的直径小于 5 微米,则其很难以足够的均匀性和可重复生产性来制造;如果其直径大于 20 微米,则很难形成轻至中等基重的均匀纸材。一般通过将连续的卷绕丝切割成特定长度的段来制备絮状物。在一些实施方案中,所述层片包含多达至多且包括 60 重量%的热稳定絮凝物或者热稳定絮凝物的混合物,并且剩余物为芳族聚酰胺纤条体。当在例如压板中期望极刚性的片材结构时,该实施方案尤其有用。一般来讲,所述层片基本上由热稳定的絮凝物和芳族聚酰胺纤条体组成,但是也可添加至多约 10 重量%的其他纸材添加剂。在一些优选实施方案中,不存在其他材料诸如热塑性絮凝物;然而,在一些实施方案中,可存在至多 20%的其他絮凝物,只要不损害最终的层压片材结构或压板的温度稳定性即可。

[0028] 所谓“热稳定”是指所述纤维在空气中在 250℃下 10 分钟之后损失不超过其韧度的 10%。为了确定纤维是否热稳定,在室温条件下测量所述纤维样品的韧度;然后当受限时,将样品在空气中加热至 250℃保持 10 分钟,然后使其冷却至室温条件,然后测量其韧度

并与所测量的未加热纤维的韧度相比较。在一些实施方案中,热稳定的絮凝物选自芳族聚酰胺纤维、玻璃纤维、碳纤维、含氟聚合物纤维、聚酰亚胺纤维、液晶聚酯纤维、聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维、聚丙烯腈纤维、以及它们的混合物。然而,可使用来自其他材料的絮凝物,例如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚丙烯腈等。在一些实施方案中,所述优选的热稳定的絮凝物包括芳族聚酰胺纤维、玻璃纤维、或它们的混合物。在一个优选的实施方案中,所述热稳定的絮凝物为间位芳族聚酰胺絮凝物,并且在最优选的实施方案中,所述絮凝物包括聚(间苯二甲酰间苯二胺)。

[0029] 在层压前,单独的层片具有至少 25 体积%的孔隙率。据信当随后在接近或高于纤维条体聚合物的玻璃化转变温度 (T_g) 下的热层压方法中将层片的多层片堆叠压缩时,该孔隙率允许在一个层片中的纤维条体部分渗透到另一个层片中。在一些实施方案中,单独层片中的孔隙率为 35 体积%或更高。在一些实施方案中,孔隙率可高达 95 体积%。在一个实施方案中,所有的单独层片均具有至少 25 体积%的孔隙体积。

[0030] 当层片的多层片堆叠进入热层压步骤时,其具有 1.5 至 7 重量%的含水量。据信在热层压期间,层片堆叠中应当保持至少 1 重量%的水分,从而在最终的层压板结构中获得期望的更好的层片粘附力。如果在热层压之前所述层片堆叠的含水量小于 1.5 重量%,将难以在所有的整体层压循环中自始至终保持至少 1 重量%的含水量,并且相应地难以得到层片粘附力的改进和惊人的压缩特性。据信如果所述进入热层压中的层片的含水量高于 7 重量%,将无法获得附加有益效果,仅仅是需要更多的能量用于加热和冷却步骤,这是非期望的。

[0031] 可通过使一个层片在另一个层片上层化来将层片合并,并且在一些实施方案中,通常可将介于 2 和 12 个之间的层片一起层化。可通过手动将分散的层片(片材)堆叠在一起来放置于热平压机中进行批量压缩,从而以批量的方法来实现所述层化;或者在连续方法中,可自动并且连续地将所述层片合并在一起,同时在入口将它们展开放入双压带机或其他设备的辊隙中,从而进行所述连续热层压。

[0032] 在 250 至 400°C 的表面接触温度下将所述层片进行热压缩操作。在一些实施方案中,所述温度为 290 至 360°C。在所述加热期间,在至少 1.3MPa 的压力下,将所述层片堆叠进行热层压,并且在所述片材结构加热的自始至终保持该压力。在一些实施方案中,所述压力保持在 3.5 至 5MPa。在一些使用连续在线方法诸如压带机的实施方案中,所述热层压进行约 30 秒至 3 分钟。在一些使用平压机的实施方案中,所述热层压进行数分钟,多达 10 分钟,或者对于非常厚的结构,时间将更长。在热层压之后,保持至少 1.3MPa 的层压,同时将所述层压板结构在 100°C 以下冷却。在一些实施方案中,保持 3.5 至 5MPa 的压力,同时冷却。在加热和冷却的自始至终保持高压确保了一旦层压板上的压力减少,层压板结构中保留下来的水分不会闪蒸而出。通常,冷却时间依赖于所述层压板片材结构的基重。如果以使用一种类型的平压机的手动批量方法来制备所述层压板片材结构,则冷却时间可显著地比热层压时间更长,这不仅依赖于所述层压板片材结构的重量,而且依赖于压制机的容量。在一些使用批量方法的实施方案中,冷却时间可为至少 30 分钟至至多 2 小时。

[0033] 在一些实施方案中,在具有加热区和冷却区的压带机上进行所述热层压和冷却,同时保持所述片材结构在基本上恒定的压力下。在一些优选的实施方案中,在具有至少一个加热部件和至少一个冷却部件的压带机上连续地进行所述冷却。在这种情况下,冷却所

需的时间可与热层压所需的时间相同,或者可更短或更长。在一些实施方案中,有利的是冷却步骤中所需的时间比热层压的时间更短。在一些实施方案中,该时间小于 3 分钟。

[0034] 可使用平压机、双压带机、或任何其他装置来实现所述片材结构的热层压,所述装置允许将加热和冷却两者施用到所述片材结构,同时在所述结构上保持连续的压力而没有任何压力释放的中间步骤。可用的方法可利用一种类型的压带机,所述压带机通常公开或者来源于美国专利 4,336,096 ;4,334,468 ;5,098,514 ;5,141,583 ;和 5,149,394 中示出的排列中。

[0035] 在一些优选的实施方案中,当使用压带机时,所述压带机相同的表面提供了对所述片材结构的加热和冷却;换言之讲,一旦所述层片堆叠进入压带机,所述压带机的相同表面为层片堆叠提供了连续的压力并且提供了加热,从而制备热层压板结构,然后当该层压板结构冷却至 100℃ 以下时,继续为其提供了连续的压力。在这种情况下,其允许在层片中的水分协助形成具有改进的局部分层性能和惊人的压缩特性的层压板结构。

[0036] 在一些实施方案中,离开所述方法的冷却的层压板结构的含水量为至少 1 重量%,并且最终层压板结构中的孔隙率为 30 体积%或更小。最终层压板结构中相对小的孔隙率对于高水平的层片粘附力和低压缩率和压缩形变而言是重要的。就压板型的层压板结构而言,优选的孔隙率为 10 至 20 体积%。小于 10 体积%的孔隙率通常导致材料变脆和小于 10% 的断裂伸长率。

[0037] 在一些实施方案中,选择多个层片使得冷却后的片材结构为具有 0.05 至最多 0.90mm 厚度的纸材。在一个非常有用的实施方案中,所述纸材的厚度为 0.40 和 0.9mm。在一些实施方案中,选择多个层片使得冷却后的片材结构为具有 0.90mm 或更大厚度的压板。在一个非常有用的实施方案中,所述压板的厚度为 0.90 和 10.0mm。

[0038] 所述压板包含多个层片,所述层片包含热稳定的絮凝物和至少 40 重量%的芳族聚酰胺纤条体,并且具有 0.9mm 或更大的厚度,所述压板具有 25 体积%或更小的孔隙率和使用以下公式定义的层片粘附力 (Y),单位为兆帕:

$$[0039] \quad Y > 2.97 (X)^{(-0.25)}$$

[0040] 其中 (X) 为压板的厚度,单位为毫米;所述压板可具有 1.6% 或更小的压缩率和 0.18% 或更小的压缩形变。

[0041] 在一些实施方案中,最终的压板具有 10 至 20 体积%的孔隙率。如上所述,如果孔隙率小于 10 体积%,所述材料将是脆性的,并且即使压板具有良好的层片粘附力水平,压板成为最终部件的加工性能将由于其过度的脆度而变差。此外,据认为如果所述压板用作液体填充变压器中的电绝缘体,则小于 10 体积%的孔隙率将使得难以用油浸渍压板。这种缺少油对压板孔隙的浸渍可导致绝缘体中部分的局部放电,久而久之导致压板无法使用。

[0042] 为了获得在加工期间和最终用途中可接受的性能,在最终层压板结构的 Z 方向上的层片粘附力或拉伸强度是非常重要的。层片粘附力不足可导致分层并且进一步导致材料和最终电气器件的失效。

[0043] 通常使用相反特性来衡量层压板结构的平坦程度,所述相反特性为扭曲程度。扭曲较少的层压板结构是较平坦的。在优选的实施方式中,以前述的方式制备的层压板结构或压板比用已知的制备高压抗性压板的方法制备的层压板结构更平坦并且具有更少的扭曲。一种确定层压板片材结构扭曲的相对量的方法(通常用作质量控制)为:当层压板

片材结构离开压制机时取其矩形的样品,所述样品具有与压制机同宽的宽度和所述宽度的大概 30 至 50% 的长度。然而,如果需要,也可使用 50cm×50cm 的正方形样品。将层压板片材结构置于具有比所述样品更大的顶部表面的均匀平坦表面例如坚固的金属台上。然后用手将片材的一角牢牢地压在平坦的金属台上。如果层压板结构的部分具有任何的扭曲,该部分将被迫向上,然后可测量层压板片材从平台上提高的距离。在一些使用这种测量技术的实施方案中,在 50cm×50cm 的样品上测量,层压板具有 2mm 或更小的扭曲。

[0044] 层压板结构或压板的足够的拉伸强度有助于确保所述材料成功的可加工性及其在最终应用中的耐久性。在一些实施方案中,压板具有大于 80MPa 的拉伸强度。

[0045] 层压板结构或压板结构的断裂伸长率的量度表示的是其韧性或者脆度。在一些实施方案中,当热稳定絮凝物具有低于 3000cN/tex 的初始模量时,压板具有至少 10% 的断裂伸长率。

[0046] 压板的压缩特性包括压缩率(其代表在标准条件下的总压缩变形)和压缩形变(其代表不可逆的压缩变形)。同时具有低压缩率和低压缩形变的压板具有更稳定的厚度,并且其在电气器件和机器设计者中用作绝缘隔片时更有效。在一些实施方案中,压板具有 1.6% 或更小的压缩率,并且在一些实施方案中,压板具有 0.18% 或更小的压缩形变。在一个优选的实施方案中,压缩形变小于 0.15%。

[0047] 层压板结构,包括纸材或压板,可用作电绝缘系统的部件从而用于不同的电气器件,包括发动机、发电机、和变压器,并且也可用于不同结构的复合材料,包括用于夹心板的芯片材和面片材。在这些应用中,可根据需要将纸材或压板与或不与填充性树脂一起使用。

[0048] 测试方法

[0049] 在 Instron® 型测试器上,根据 ASTM D 952-02 且使用具有 7.06cm 直径的环形样品来确定片材结构 Z 方向上的层片粘附力或拉伸强度。

[0050] 根据 ASTM D 374-99 来确定片材和片材结构的厚度。

[0051] 根据 ASTM D 3394-94 来确定片材和片材结构的密度、压缩率、和压缩形变。使用具有 50.8mm×39.1mm 的平面内量纲并且具有约 51mm 的总堆积高度的矩形样品确定压缩率和压缩形变。

[0052] 根据 ASTM D 202 确定片材和片材结构的拉伸特性。

[0053] 实施例 1

[0054] 如美国专利 4,752,355 中所述制备在较厚的层压板结构中用作层片的中密度芳族聚酰胺压制板(孔隙率约 40 体积%)。用于制备这种压制板的固体材料为 60 重量%的间位芳族聚酰胺纤条体和 40 重量%的间位芳族聚酰胺絮凝物。如美国专利 3,756,908 中描述的由聚(间苯二甲酰间苯二胺)制备间位芳族聚酰胺纤条体。所述间位芳族聚酰胺絮凝物为线密度为 0.22tex(2.0 旦尼尔)且长度为 0.64cm、具有约聚 800cN/tex 的初始模量的(间苯二甲酰间苯二胺)絮凝物(由 DuPont 以商品名 NOMEX® 出售)。所述中密度压制板具有 1214g/m² 的基重、1.5mm 的厚度、和 0.81g/cm³ 的密度。

[0055] 将该压制板的两个具有 50×50cm 的平面内量纲的片材在空气中平衡至 4.5 重量%的含水量并且以叠放方式装载于加热至 285℃ 的平压机内。将该双层片结构在 285℃ 的温度和 350psi 的压力下压缩 2 分钟。然后将压制机冷却至 90℃ 的温度并且在该温度下保持 10 分钟,同时保持相同的压力。

[0056] 最终的板材具有约 3 重量%的含水量、2.0mm 的厚度和 $1.14\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度,其与约 16 体积%的孔隙率相当。层片粘附力为 3.2MPa,压缩率为 1.14%,并且压缩形变为 0.12%。直接从平压机取出最终板材的样品用于扭曲测量。在最终板材中没有发现明显的扭曲。所述压制板的其他特性描述于下表 1 中。

[0057] 比较实施例 A

[0058] 将实施例 1 的中密度芳族聚酰胺压制板(在较厚的层压板结构中用作层片)在 160°C 下的烘箱中干燥约 2 小时,直至从压制板中基本除去所有的水分。像实施例 1 中一样,将该压制板的两个片材以叠放方式装载于加热至 285°C 的平压机内。将该双层片结构在 285°C 的温度和 350psi 的压力下压缩 2 分钟。在热压机开口后,将热压缩板材从热压机中取出然后转移到冷压机中,在其中冷却至约 90°C 。

[0059] 最终的板材在从压制机取出时不包含任何可测量的水分,且具有 2.0mm 的厚度和 $1.13\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度,其与约 16 体积%的孔隙率相当。层片粘附力为 2.3MPa,压缩率为 1.40%,并且压缩形变为 0.20%。所测量的最终板材的扭曲为 3mm。所述压制板的其他特性描述于下表 1 中。

[0060] 实施例 2

[0061] 使用美国专利 3,756,908 中描述的一般性方法制备低密度芳族聚酰胺纸材,所述纸材具有 $0.27\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度和约 80 体积%的孔隙率。用于制备该压制板的固体材料为 60 重量%的间位芳族聚酰胺纤条体和 40 重量%的间位芳族聚酰胺絮凝物,并且所述材料与实施例 1 中相同。所述纸材具有 $128\text{g}/\text{m}^2$ 的纸张重量。

[0062] 将九卷具有 3.5 至 4 重量%的含水量的这种纸材安装在具有长度为 2.1 米的加热区和长度为 0.95 米的冷却区的等压双压带机的放卷支架上,然后在 2m/min 的速度下和 42 巴的压力下,通过将层片堆叠传送到压制机的加热和冷却区从而将该纸材的 9 个层片一起层压。加热区的温度为 312°C 并且冷却区端部的温度为 95°C 。

[0063] 最终的层压板结构具有 3.2 重量%的含水量、0.99mm 的厚度和 $1.14\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度,其与约 16 体积%的孔隙率相当。层片粘附力为 4.3MPa,压缩率为 1.20%,并且压缩形变为 0.12%。该压制板的其他特性描述于下列表 1。

[0064] 实施例 3

[0065] 使用与实施例 2 相似的方法制备芳族聚酰胺纸材;然而该纸材具有约 78 体积%的孔隙率,其由 54 重量%的间位芳族聚酰胺纤条体和 46 重量%的间位芳族聚酰胺絮凝物制备,并且具有 $196\text{g}/\text{m}^2$ 的纸张重量。将四卷具有 3.5 至 4 重量%的含水量的这种纸材在与实施例 2 中相同的等压双压带机上,以 6m/min 的速度和 30 巴的压力下进行层压并且随后进行冷却。加热区的温度为 312°C 并且冷却区端部的温度为 60°C 。最终的纸材具有约 2.8 重量%的含水量、0.73mm 的厚度和 $1.07\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度,其与约 22 体积%的孔隙率相当。层片粘附力为 4.0MPa。所述纸材的其他特性描述于表 1 中。

[0066] 表 1

[0067]

实施例	T	D	V	C	CS	PA	S 纵向/横向	E 纵向/横向
1	2.0	1.14	16	1.14	0.12	3.2	170/140	17/18
A	2.0	1.13	16	1.40	0.20	2.3	165/130	15/14
2	0.99	1.14	16	1.20	0.12	4.3	130/97	13/12
3	0.73	1.07	22			4.0	125/85	18/12

[0068] T = 厚度, mm

[0069] D = 密度, g/mm³

[0070] V = 孔隙率, 体积%

[0071] C = 压缩率, %

[0072] CS = 压缩形变, %

[0073] PA = 层片粘附力, MPa

[0074] S MD/CD = 纵向 / 横向的拉伸强度, MPa

[0075] E MD/CD = 纵向 / 横向的断裂伸长率, %