

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 89103201.0

[51]Int.Cl⁵

D04H 1/04

[45]授权公告日 1994 年 5 月 18 日

[24]颁证日 94.2.20

[21]申请号 89103201.0

[22]申请日 89.5.9

[30]优先权

[32]88.5.10 [33]US[31]192,364

[32]89.2.27 [33]US[31]315,836

[73]专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

[72]发明人 格雷戈里·保罗·威克斯

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 齐曾度

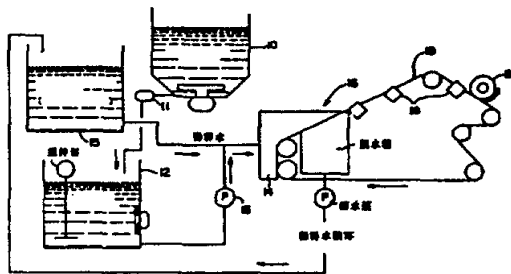
说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 分散的玻璃短纤维与热塑纤维紧密混合组成的预制层制造方法及产品

[57]摘要

一种制备由分散的玻璃短纤维和热塑纤维紧密混合组成的预制层的方法及所制的产品, 其中用常规造纸设备将玻璃纤维和热塑性纤维的中性 pH 含水浆料制成毡片。优先的做法是先将可润湿的热塑性纤维分散在水中, 然后再添加玻璃纤维。当将此自支承预制层转变为模塑的复合结构时, 可产生一种基本不含孔隙的由分散的玻璃纤维嵌在热塑性树脂基质中所形成的结构。



1. 一种制备由分散的玻璃短纤维与热塑纤维紧密混合物组成的预制层的方法，其特征在于，将一定量的0.5-20旦、1毫米至5厘米长的热塑性短纤维和润湿的玻璃纤维股切段分散到搅拌的并且实质上不含其它成分的中性pH水溶液中，所述玻璃纤维股切段由大量长1-8厘米直径为5-50微米顺向排布的玻璃纤维的束所组成，其表面经过涂覆并彼此粘合，从而具有足够的整体性，使得正常加工过程中可以进行搬运；继续搅拌此混合液，以便将玻璃纤维束实质上分散为热塑纤维和玻璃纤维的均匀单纤维淤浆；将此淤浆倒在丝网上而成层，从此层中除去水；干燥该层，进一步加热该层至可以将热塑性纤维组分热粘合的温度，然后将该层冷却，形成自支承的预制层。

2. 按权利要求1的方法，其特征在于，先将热塑性纤维添加到水溶液中，然后再添加玻璃纤维。

3. 按权利要求1的方法，其特征在于，先将玻璃纤维添加到水溶液中，然后再添加热塑性纤维。

4. 按权利要求1的方法，其特征在于，同时添加热塑性纤维和玻璃纤维。

5. 按权利要求1-4任一项的方法，其特征在于，热塑性纤维表面带有整理剂涂层，而且至少一部分所述纤维涂有化学组成基本相同的低熔点聚合物。

6. 按权利要求5的方法，其特征在于，整理剂是牛羊脂醇乙氧基化物和低分子量聚酯。

7. 一种由分散的增强玻璃纤维与热塑性纤维的紧密混合物组成的自支承预制层，其特征在于，仅由10-70%（重量）玻璃短纤维和90-30%

(重量) 热塑性短纤维组成的均匀共混物, 所述玻璃短纤维实质上以无规排布的单丝形式分散在该层的平面中, 其表面涂有上浆剂, 包括偶联剂和成膜剂, 其长度为1-8 厘米, 直径为5-50 微米; 所述热塑性短纤维为0.5-20旦、长度1.0 毫米-5厘米, 并以实质上单丝形式分散开。

8. 按权利要求7 的预制层, 其特征在于, 一部分热塑性纤维涂有化学组成与其基本相同的低熔点聚合物, 此部分纤维在其余的热塑性纤维和玻璃纤维切段之间形成粘合。

9. 按权利要求7 的预制层, 其特征在于, 热塑性纤维是聚酰胺。

10. 按权利要求7 的预制层, 其特征在于, 热塑性纤维是聚丙烯。

11. 按权利要求7 的预制层, 其特征在于, 热塑性纤维是含有预混抗氧剂和增韧剂的聚对苯二甲酸乙二醇酯。

12. 按权利要求7 的预制层, 其特征在于, 低熔点聚合物是聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚物。

分散的玻璃短纤维与热塑纤维紧密混合 组成的预制层制造方法及产品

本发明涉及分散的玻璃短纤维和热塑纤维紧密混合组成的预制层及其制造方法，所述预制层由经长度大于约1 厘米的分散玻璃纤维增强的热塑性塑料树脂组成，还涉及用含水淤浆法制备所述预制层。

获得高度均匀分布的玻璃纤维和热塑性塑料树脂基质的一个途径，是在加热加压条件下用熔融树脂浸渍玻璃纤维毡或束，另一个途径是形成玻璃纤维与粉状树脂基质的混合物。在后一种情况下，是将玻璃纤维和粉状树脂一起在水中制成淤浆，并将其沉积在金属丝网上，然后进行脱水和干燥，从而制成无纺湿法成型板。为使润湿的玻璃纤维达到理想的分散状态，采用这种方法时需要对淤浆的pH进行调整，或向淤浆混合物中添加表面活性分散助剂。在其它情况下，是向淤浆中添加聚合物胶乳、浆粕和絮凝剂，以便克服在水中分散固体聚合物颗粒和增强玻璃纤维时所遇到的问题。然而，这些分散助剂和工艺对所形成的复合结构的性质有害，这就需要一种改进的方法，使得所制备的产品的性能不会受损害。因而，希望能开发一种制备层状料坯的方法，采用常规湿法成型设备或造纸装置可以将这种料坯方便地转变为玻璃纤维增强的热塑性塑料结构复合材料，这种方法具有以下综合效应：

(1) 可以使涂有能提高粘合性及其它性能的切段玻璃纤维股增强材料，(a) 在热塑性塑料复合材料中，(b) 在与热塑性塑料颗粒的均质混合物中，达到极好的分散状态。

(2) 可以消除在高或低pH条件下及在表面活性分散剂和发泡剂存在下进行的分散工艺中所产生的，以及使用胶乳、合成浆粕和聚乙烯醇纤维所造成的双复合材料性能的不利影响。

本发明目的是提供玻璃纤维增强的热塑性塑料复合材料的预制层，其中增强玻璃纤维的长度约为1-8 厘米，将由大量涂有上浆剂的顺序排列的玻璃纤维束组成的润湿的玻璃纤维股切段，以细旦可润湿切段短纤维的形式，在中性pH的含水淤浆中与热塑性树脂颗粒共分散，使它们达到密切混合状态。本发明目的还包括提供一种方法，可制备一种具有优异的加工性能和料片强度的复合材料预制层，其中增强纤维和热塑性塑料纤维达到非常均匀的分布。重要的是无需使用如胶乳、合成浆粕或聚乙烯醇之类的加工助剂，即可得到良好的料片强度，本发明者已经发现上述现有技术所采用的加工助剂对最终的复合材料性能是有害的。此外，本发明所公开的制备复合材料预制层的方法无需大幅度调整含水淤浆的pH，无需向淤浆混合物中添加分散助剂，也无需使用发泡剂，即可很好地分散润湿玻璃纤维切段，而上述助剂或添加剂的残余物对复合材料的性能是有害的。本发明方法制备的热塑性结构复合材料是以聚酯、聚酰胺、聚丙烯和聚乙烯基质树脂为基础，这种复合材料显示出意想不到的性能。我们意外地发现，只要将上述树脂颗粒制成易于在中性含水淤浆中分散的细纤维形式，润湿的玻璃纤维股切段就可以很好地分散在具有理想的中性pH在含水淤浆中，所述玻璃纤维股切段是由纤维束组成的，纤维束则是由许多经工业上所用的“与热塑性复合材料可相容的上浆剂”粘合在一起的玻璃纤维所组成。如果上述热塑性纤维的表面上任选地预先涂上可以提高该热塑性纤维分散性能的润湿剂，则上述效果还可以进一步提高。热塑性纤维中最好含有一部分熔点稍低的纤维，这些纤维可以起到粘结纤维的作用，从而在加工过程中可以使预制层具有良好的整合性，且不再需要现有技术中所用的胶乳和浆粕。在本发明的方

法中，由于增强纤维分散度较高，而且去除了现有技术中的不利因素，所以最终性能得到了本质性地改善。

图1 和1A是本发明湿法成型方法一个实施例的示意说明。

图2 是本发明湿法成型方法另一实施例的示意说明。

图3 是玻璃纤维和热塑性纤维断面分布显微照片的示意图。

参见图1，本发明的湿法成型方法采用了造纸装置，通常包括碎浆机10，搅拌供料罐12，倾斜网造纸机16的网前箱14，脱水部分18，绕缠或驱动轴20。操作时将玻璃纤维和热塑性纤维分散在盛于碎浆机10的水中。用泵11将淤浆从碎浆机泵至搅拌供料罐12。原料从该供料罐泵至（通过泵13）网前箱14，于此处通过罐15添加稀释水，将浆料稠度降低五分之四。按常规方式将淤浆通过造纸网，并通过脱水部分的空吸缝18进行脱水。然后，将脱水的薄片19在潮湿状态绕缠在驱动轴20上。绕在轴20上的薄片如图1A所示解缠为层17并风干。

在另一个用于大规模生产的实施例中，在淤浆被泵至供料罐12后，即用稀释水将其稠度降低到三至五分之一，如图2 所示，通过泵16b 从脱水箱16a 和管路16c 补加稀释水使稠度进一步降低到八至十分之一。薄片19经过空吸缝18后，通过板式压缩空气干燥机30于约500 °F 进行干燥。然后，薄片19从红外干燥装置40下面通过，并通过夹辊由缠绕器20' 缠到辊上。

造纸装置			
部件编号	名 称	型 号	制造厂家
10	碎浆机	GP157	Bird Machine Co., Inc. South Walpole, MA
13	泵	23B2-B	Gorman-Rupp Mansfield, OH
16	造纸机	Labor 23' Nenf	Bruderhaus Reutlingen, W. Germany

本发明的复合材料预制层是在常规造纸装置上成型的，该装置的成型部分最好是倾斜造纸网，即输送淤浆的成型网与前箱14中淤浆的水平

面成一角度(一般为 $15-45^{\circ}$)。这种装置经特殊设计,可以在中等至高淤浆稀释度成型纤维毡片,特别适用于将长纤维(1-8厘米)制成无纺毡片。当然,也可以采用其它类型的机器,如园筒成型机等。可采用风干、接触式干燥或热辐射干燥等综合干燥方法对薄片进行干燥。纤维毡片所达到的最高温度必须足以使树脂纤维中适当的部分达到粘态,使毡片强度足够高,从而获得良好的加工性能。

优选的复合材料预制层制备方法包括将润湿的玻璃纤维切段在常规造纸碎浆机中进行共分散,接着将其沉积在造纸网上,脱水,干燥,并加热至足够高的温度将共聚物粘结料活化,其后任选对该薄片进行研光,最后将其缠在轴上。

增强纤维

本发明所用的增强玻璃纤维是直径为5-50微米、切段长度为1-8厘米的常规初纺玻璃纤维股。在工业上通常是按下述方式制备这种玻璃纤维股。通过高压套筒形成单丝,将数百至数千根单丝在高压套筒下集成丝束,并对其上浆,以满足下游工序的需要。上浆剂由至少一种成膜剂和偶联剂组成。成膜剂包括低分子量聚酯或聚氨酯,其作用是保护玻璃纤维。偶联剂一般是硅烷化合物,如 α -氨丙基三乙氧基硅烷,适当选择偶联剂有助于最终复合物中玻璃纤维/树脂界面的粘合。一般将这种上浆的纤维股切成一定长度,装在不透气的容器中于“润湿”状态下运至造纸厂。优选的上浆剂组合物是Owens-Corning Fiberglass(OCF)出售的商标为133A的产品。这种润湿的纤维股切段在中性pH的含水淤浆中是非分散性。然而,将这种润湿的纤维股切段与可润湿的热塑性纤维在中性pH的淤浆中共分散,却意外地达到很好的分散效果,导致了所希望的增强纤维和树脂纤维的紧密混合物。

树脂纤维

树脂纤维组分最好是由细旦(0.5-20旦)短切段(1-5厘米)聚酯、

聚酰胺、聚丙烯或聚乙烯等热塑性短纤维组成，其中可以含有预混的添加剂，如抗氧化剂、增韧剂和其它用来提高复合材料性能的组分。另外，一部分热塑性纤维也可以是由具基本相同成分的较低熔点的热塑性塑料组成，或具有这种外层，在干燥过程中它们可起到热活化粘结剂的作用。可任选地用少于1%的分散助剂如长链烷基磷酸酯、脂醇与聚氧乙烯的缩合产物及低分子量聚酯对上述热塑性纤维(如聚酯纤维)进行表面处理，当然分散助剂并不限于上述这些。

纤维的分散过程

纤维的分散过程是在常规造纸碎浆机中进行的，所用水pH为 5.5-8.5，淤浆稠度为0.25-2%(固体重量)。玻璃纤维对树脂纤维的比例一般为1/5-5/1，最好为1/3-1/1。通过共分散或先分散树脂纤维均可达到良好的分散效果。优选的工艺是先在常规高剪切碎浆机中将可润湿的热塑性纤维分散10分钟，接着添加润湿的玻璃纤维股切段，再搅拌10分钟。

预制层的后加工

通常预制层不够厚，不能直接用来制备复合材料部件。一般是将几层预制层制成薄片，并将它们叠置起来达到适于模压的厚度(一般为0.5-2.0磅/平方英尺)。我们发现用机械的方法将这些叠置的预制层缝在一起比较有利，将这些层进一步固定在一起在模压工序中更易于操作。我们还发现在上述叠层的上面和下面提供玻璃纤维遮盖层(通常为全叠层重量的0.1-2%)有助于获得在模压工序中所需的表面性能。如在接触性预热系统中降低粘性，以及提高最终模压制品的表面修饰性。

复合材料片的模压

可将几层所得的薄片叠在一起放在模具中制成板，用来评价物理性能。对于聚对苯二甲酸乙二醇酯这类缩聚物，在模塑前要将其干燥至<0.02%的含水量。然后将其放入一个涂有脱模剂的框式模具中。将模具

及其内容物放在压力为15磅/平方英寸的平板热压机中，并将模具温度升至树脂熔融温度以上。将压力升至500磅/平方英寸，于此压力下令模具及其内容物冷却。取出压好的板，用常规方法得到超声扫描、拉伸性能和挺度数据。

复合材料部件的模塑

为了从无纺叠层形式或加固片形式的预制层得到有用的制品，用常规方法(接触式、红外或压缩空气)加热一个或多个复合预制层将基质树脂重新熔触，在采用缩聚物的情况下，要首先将薄片仔细干燥，然后熔融树脂和增强玻璃纤维片放在一个压模或冲压机中。于压力下挤压上述材料，使之成型为所需的部件，此时将树脂冷却，取出成型的部件。

试验方法

拉伸强度

塑料拉伸性能标准试验方法(ASTM D 638-84) 。

挠曲模量

非增强和增强塑料材料挠曲性能标准试验方法(ASTM-D790-84a) 。

共分散程度的测定

步骤1: 选择该复合材料预制层有代表性的分析试样

步骤2: 制备试样

将试样小心地放入澄清的环氧树脂中，特别小心不要扰乱该纤维的结构。具体做法是将大约1立方英寸的试样放入一个小杯中，小心地将二份初始粘度小于10泊的环氧树脂注入杯中，然后将此杯放在一个真空室中，以确保良好的浸渍效果。使环氧树脂固化。在此试样上切割出一个横截面，将其抛光，以便进行显微镜观测。

步骤3: 拍摄显微照片

采用标准光学显微技术拍摄试样截面的显微照片，这些照片显示玻璃纤维端部的分布。图3 代表这样的显微照片，其中玻璃纤维端部100

与热塑性纤维端部200 互相分散。

步骤4: 测定试样的面积

根据显微照片, 选择一个如图3 那样的样品面积, 由于此面积中含有大量热塑性纤维和玻璃纤维断面, 所以由此得到的玻璃纤维与热塑玻璃性纤维端部之比接近于纤维比例的计算值。“纤维比例”FR定义为:

$$FR = \frac{\text{热塑性纤维断面数目}}{\text{玻璃纤维断面数目}}$$

$$= \frac{(\% \text{〔重量〕 TP}) \cdot (GD) \cdot (GL) \cdot (G \cdot D_m)^2}{(\% \text{〔重量〕 G}) \cdot (TPD) \cdot (TPL) \cdot (TPD_m)^2}$$

TP = 热塑性纤维

G = 玻璃纤维

TPD = 热塑性纤维密度

TPL = 热塑性纤维长度

TPD_m = 热塑性纤维直径

GD = 玻璃纤维密度

GL = 玻璃纤维长度

GD_m = 玻璃纤维直径

步骤5: 测定玻璃纤维束的分散指数(GBDI)

在上述样品面积中划一个只包括热塑性纤维断面的尽可能大的圆, 计算该圆中所含玻璃纤维断面的数目。至少在5 个不同的样品面积上重复上述测试。

玻璃纤维束分散指数按下式计算:

$$GBDI = \frac{\text{初始纤维数目 / 束}}{\text{平均纤维数目 / 束 (在预制层中)}}$$

式中初始切段纤维束的支数可按下式计算，或直接数出：

$$\text{初始纤维数目/束} = 2.5 \times 10^6 / [\text{支数} \times (\text{直径})^2 (\text{微米})]$$

其中支数是指每磅初始纤维股所含100 码长度的数目，如1 磅重的纤维股长100 码，即为1 支，若长200 码即为2 支。

C-扫描 孔隙含量

采用超声波扫描体系对复合材料板进行测试，以评价最终固结复合材料密度和固结的均匀性。

超声波扫描装置可在下述公司购买：

Testech, Inc.

115 Sunset Drive

P. O. Box 960

Exton, Pennsylvania

所用方法是“C”扫描法或称为面积扫描法。所用频率为5 兆赫。所用模式是透射浸在水箱中的7 ×7 ×0.125 英寸的试样板。测定DB(损失)，采用彩色编码系统对整个板的表面作图，以便评价相对密度和均匀性，然后再评价拉伸和挠曲性能。

DB损失由下式定义：

$$\text{DB损失} = 20 \log_{10} AG/AR - (GS - GR)$$

其中AG是通过样品的讯号振幅。AR是无试样的参比振幅。GS和GR分别是在试样上和无试样时的放大器增益。-1DB表示振幅减小10%，-6DB表示振幅减小50%，-20DB表示振幅减小90%。在扣除反射损失(在此处所用的系统中这种损失很小，约1DB)后，由均匀孔隙造成的讯号DB损失与厚度成比例。因而，C-扫描数据是以DB损失/ 英寸材料厚度为单位的。DB损失值为35DB/ 英寸即认为结果很好，这表示板已经很好地硬化。这相应于5-7%的孔隙率(由体积密度技术测定)。

旦数

900 米长线型材料的以克数表示的重量。

实例1

向总容量为150 加仑的Bird碎浆机添加50加仑去离子水。添加1.5磅单丝旦数为1.5、短纤维长度为0.25英寸表面上预先涂有0.5%(重量)整理剂的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)纤维,并在高速搅拌下分散5分钟,以促进纤维均匀分散。所述整理剂由牛羊脂醇乙氧基化物(25摩尔)和C-12醇的单或二价磷酸酯钾盐的等量混合物组成。然后将1磅1英寸长的玻璃纤维(OCF TYPE 133A)切段与68加仑附加的去离子水一同慢慢添加到上述混合物中,接着将这批料再搅拌10分钟。然后把浆粕泵送到一个搅拌不太剧烈的供料罐中,不需进一步稀释,保持稠度为0.25%(固体重量)。把此浆料泵送到倾角为45°的12英寸Bruderhaus倾斜网式小型造纸机的网前箱。在网前箱中将上述浆料稀释到0.05%的稠度。按常规方法通过成型网排出网前箱的浆料,并通过空吸缝进行脱水。网的移动速度是5英尺/分钟,在收集辊上收集湿态的成型片。然后将这种片分层叠放起,基本按图1所示的方式将其风干至环境含湿量。干片重量约为0.05磅/平方英尺。显微断面分析表明润湿的玻璃纤维束切段实质上已充分分散(每束的维纤数从1000-2000减到几个)。

将在环境中干燥的无纺片叠置起来,形成基重为1磅/平方英尺的7×7英寸毡片层,于真空烘箱中干燥至含湿量等于或小于0.02%(重量)。迅速把干燥的毡片层转移到一个涂有Miller-Stephenson MS-136脱模剂的7×7英寸预热框式模具中。然后将模具及其内容物放在水压机的加热压板之间。向模具施加15磅/平方英寸的接触压力,并将其加热至290℃,温度由装在模具内部的热电偶测定。当达到指定温度时,逐渐将压力升至600磅/平方英寸。当闪光灯开始显示压力约达到600磅/平方英寸时,关掉加热器,开放压板冷却水,于600磅/平方英寸压力下在大约15分钟内将模具及其内容物冷却至室温。然后从模具中取

出复合材料板。从该板切割下来的拉伸和挠曲试验样品表明拉伸强度超过24千磅/平方英寸，挠曲模量为 1.65×10^6 磅/平方英寸。C-扫描数据表明形成的板是均匀硬化的，对0.125 英寸厚的试样进行测定，其声波吸收为约24-40 DB/英寸。

实例2

方法同实例1 相同，不同之外是将模具加热至250 °C，并且用单丝旦数为1.8 、短纤维长度为0.25、涂有极少表面整理剂或未涂表面整理剂的尼龙纤维代替PET 纤维。在显微镜下观察预制毡片的截面表明，玻璃在与尼龙纤维的紧密混合物中达到了与上述类似的高分散状态。从形成的板切割下来的拉伸和挠曲式样表明，拉伸强度为26.7千磅/平方英寸，挠曲模量为 1.6×10^6 磅/平方英寸。C-扫描数据表明板是均匀固结的、对0.125 英寸厚的试样进行测定，其声波吸收为约24-40 DB/英寸。

实例3

方法与实例1 相同，不同之处是将模量加热至200 °C，并且用单丝旦数为6 、短纤维长度为0.25、涂有与实例1 相同的表面整理剂的聚丙烯纤维代替PET 纤维。在显微镜下观察预制毡片的截面表明，玻璃纤维在与聚丙烯纤维的紧密混合物中达到了类似的高分散状态。由板上切割下来的拉伸和挠曲试验样品的表明拉伸强度超过10千磅/平方英寸，挠曲模量大于 0.7×10^6 磅/平方英寸。

实例4

方法与实例1 相同，不同之外是用含有0.5% Irganox 1010 抗氧剂和8%弹性增韧剂微粒的PET 纤维代替其中的PET 纤维。用显微境观察预制毡片的截面表明，玻璃纤维在此聚酯纤维的紧密混合物中达到了类似的高分散程度。由板上切割下来的拉伸和挠曲试验样品表明，拉伸强度超过22.5千磅/平方英寸，挠曲模量为 1.4×10^6 磅/平方英寸。C-

扫描数据表明板是均匀固结的，对0.125 英寸厚的样品进行测试，其声波吸收为约24-40 DB/ 英寸。

实例5

方法与实例1 相同，不同之外是使用长度为0.5 英寸的OCF 133A玻璃纤维而不是1.0 英寸的。用显微镜观察预制毡片的截面表明，玻璃纤维在与聚酯纤维的紧密混合物中达到了类似的高分散程度。从板上切割下来的拉伸和挠曲试验样品表明，拉伸强度超过20 千磅/ 平方英寸，挠曲模量为 1.43×10^6 磅/ 平方英寸。C-扫描数据说明板是均匀固结的，对0.125 英寸厚的样品进行测定，其声波吸收为约24-40 DB/ 英寸。

实例6

方法与实例1 相同，不同之处是用1 英寸长的OCF 685 型玻璃纤维代替OCF 133A型玻璃纤维。用显微镜观察预制毡片的截面表明，玻璃纤维在与聚酯的紧密混合物中达到了类似的高分散程度。从板上切割下来的拉伸和挠曲试验样品表明，拉伸强度超过20 千磅/ 平方英寸，挠曲模量为 1.43×10^6 磅/ 平方英寸。C-扫描数据说明板是均匀固结的，对厚度为0.125 英寸的试样进行测定，其声波吸收为约24-40 DB/ 英寸。

实例7

按下述方式将不同的组分分散在常规碎浆/ 共混装置中。将大约400 加仑的水放入碎浆机。然后添加315 磅单丝旦数为1.5 、短纤维长度为0.25 英寸、表面涂有与实例1 相同的整理剂的聚对苯二甲酸乙二醇酯，搅拌10 分钟。添加240 磅(干重)OCF 133A-AA玻璃纤维切段和45 磅皮芯型粘结纤维(由30% 发粘温度为130-160 ℃的聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚物的皮层和70% 聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚物的皮层和70% 聚对苯二甲酸乙二醇酯芯体组成)，并搅拌15 分钟。此批料的百分组成可由上述比例折算，以磅/ 磅水表示的稠度为1.8%(浆粕固体重量) 。用10,000 加仑水将所形成的玻璃纤维和聚合物纤维的均匀紧密混合的水分

散液冲洗到贮罐中，使得搅拌供料罐中的稠度为0.516%(固体重量)。

将供料罐中的浆料喂入常规倾料网式造纸机的成型箱，并将网前箱的成型稠度调节到0.057%。

按常规方式使浆料通过机器的成型网，形成均匀的无纺毡。先按常规方式将此毡片通过真空吸缝进行部分脱水。然后令毡片通过一个平板压缩空气干燥器进行干燥，其中干燥空气温度为500 °F，使毡片的外部温度达到200 °F。然后使毡片在一红外干燥装置下通过，该装置包括6个12英寸宽的单元，每个单元有6个加热棒，使毡片表面温度在进入红外加热区时为100 °F，离开时为380 °F。然后使毡片在压区压力为100 磅/英寸的单压区研光机之间通过，并将其缠在6英寸纸管芯上。机器的线速度是22英尺/分钟。毡片重量为196-261 磅/1300 平方英尺。

用显微镜观察毡片的截面表明，玻璃纤维在与该热塑性树脂纤维的紧密混合物中达到了极好的分散程度。

将环境条件下干燥的薄片叠置起来，形成基本重量为1 磅/平方英尺的7 ×7 英寸毡片层，并于真空烘箱中干燥至0.02%(重量)的含水量，或低于0.02%。迅速把经干燥的毡片层转移到一个涂有Miller-Stephenson Ms-136 脱模剂的7 ×7 英寸预热亮边模具中。然后把模具及其内容物放在水压机的加热压板之间。向槽具施加15磅/平方英寸的接触压力，将其加热至290 °C，此温度由放在模具内部的热电偶测定。当达到此温度时，将压力逐渐升至600 磅/平方英寸。闪光灯开始显示大约达到600 磅/平方英寸时，关掉加热器，开放压板冷却水，在600 磅/平方英寸压力下，于15分钟内将模具及其内容物冷却至室温。从模具中取出复合材料板。从该板上切割下来用于拉伸、挠曲和其他物理性能试验的样品，通过标准试验方法测取复合材料性能的分析数据。

结果如下：

拉伸强度: 27千磅/ 平方英寸

挠曲模量: 1.62×10^6 磅/ 平方英寸

C-扫描数据说明板是均匀硬化的, 对厚度为0.125 英寸的试样进行测定, 其声波吸收为约24-40 DB/ 英寸。

实例8

向一个常规造纸用高剪切碎浆机添加大约4000加仑水。添加360 磅单丝旦数为5 、短纤维长度为0.25英寸的聚丙烯纤维, 搅拌5 分钟。该聚丙烯纤维涂有1.9%(重量) 表面整理剂, 整理剂由Nopco 2152-P、Emery 6774和Kessco PEG-200 二月桂酸酯组成, 在制备纤维时按常规方式涂覆。用于形成纤维的聚丙烯是一种均聚物(数均分子量约为37,000), 其中含有2800 ppm的商售抗氧化剂/UV 稳定剂, 以便使聚合物具有加工稳定性。

然后添加240 磅(干重) 的1.0 英寸长、直径为13微米的OCF 133A 润湿玻璃纤维切段, 搅拌15分钟。此批料的百分组成大约为40%(重量) 玻璃纤维和60%(重量) 聚丙烯短纤维。浆粕稠度为1.8%(浆粕固体重量) 。

另用10,000加仑的水将所得的玻璃纤维与聚合物纤维的均匀紧密混合的水分散液冲洗到侧面装有两个叶轮的贮罐中, 使搅拌供料罐中的稠度为0.516%(固体重量) 。可向搅拌贮罐任选添加200毫升的烃类消泡剂(SA-3 烃基消泡剂, Laurel Co., Philadelphia, PA 19134), 以防止少量原料浮起。

然后将供料罐的浆料喂入常规倾斜网造纸机的成型箱, 并把网前箱中的稠度调至约0.057%。

令浆料按常规方式通过倾斜网造纸机, 形成均匀的无纺毡片。先将该毡片通过常规真空吸缝部分脱水, 然后通过平板式压缩空气干燥器进行干燥。干燥器气体温度为450-500 °F 。在干燥器中的滞留时间

(约20秒) 足以充分干燥该薄片, 另外, 在该干燥器的末级进一步将聚丙烯纤维加热到接近其熔融温度, 以便造成熔融粘结。然后使该毡片支承在一个铜网载体上从红外加热装置之间通过, 其表面在进行红外加热区时为100 °F, 离开红外加热区时为300 °F。随后立即将毡片通过一个压区压力约为100 磅/ 英寸的单压区研光机, 并将其缠在6 英寸纸管芯体上。毡片重量为140-160 磅/ 平方英尺。

用显微镜观察毡片的截面表明, 玻璃纤维在与该热塑性树脂纤维的紧密混合物中达到了极好的分散程度。一部分纤维(5-10%) 被部分熔融, 从而将纤维毡片粘结在一起。薄片的拉伸强度超过5 磅/ 英寸。

将8 层幅度为36 × 60 英寸的这种薄片叠放在一起, 形成一个重0.864 磅/ 平方英尺的毡片。然后用带有铝压板能加热和冷却的Tyler Industries 气动压机将此毡片充分固结, 形成孔隙含量小于10% 的复合材料硬片。将上述毡片层夹在脱模布之间放入压机, 于80 磅/ 平方英寸的压力下加热至180 °C, 然后冷却至室温。将上述方法制备的复合材料硬片切成适用于压塑汽车工业中常见的车挡后梁的料坯。按照压塑工业常用的技术在红外烘箱中将若干上述料坯重新加热, 将其压塑为重约12 磅的车挡后梁。按照联邦车辆安全标准(FMVSS Part 581 Bumper Standard and Fixed Barrier Tests) 对这些梁进行测试, 发现结果令人满意。按照实例7 所述的模塑方法对试验板进行了研究, 并测定了室温拉伸强度, 拉伸模量和缺口悬臂梁冲击强度, 结果如下:

拉伸强度: 13.5 千磅/ 平方英寸

伸长率: 2.3%

拉伸模量: 0.88×10^6 磅/ 平方英寸

缺口悬臂梁冲击强度: 16

附图注释:

- 10 高剪切碎浆机
- 11 传输泵
- 12 搅拌供料罐
- 13 供料泵
- 14 网前箱
- 15 稀释水贮槽(重力喂料)
- 16 倾斜网造纸机
- 16a 脱水箱
- 16b 泵
- 16c 管线
- 17 叠层/风干
- 18 真空抽吸缝
- 19 玻璃纤维/树脂纤维薄片
- 20 缠绕器
- 30 压缩空气干燥器
- 40 红外加热器
- 50 研光机

图 1

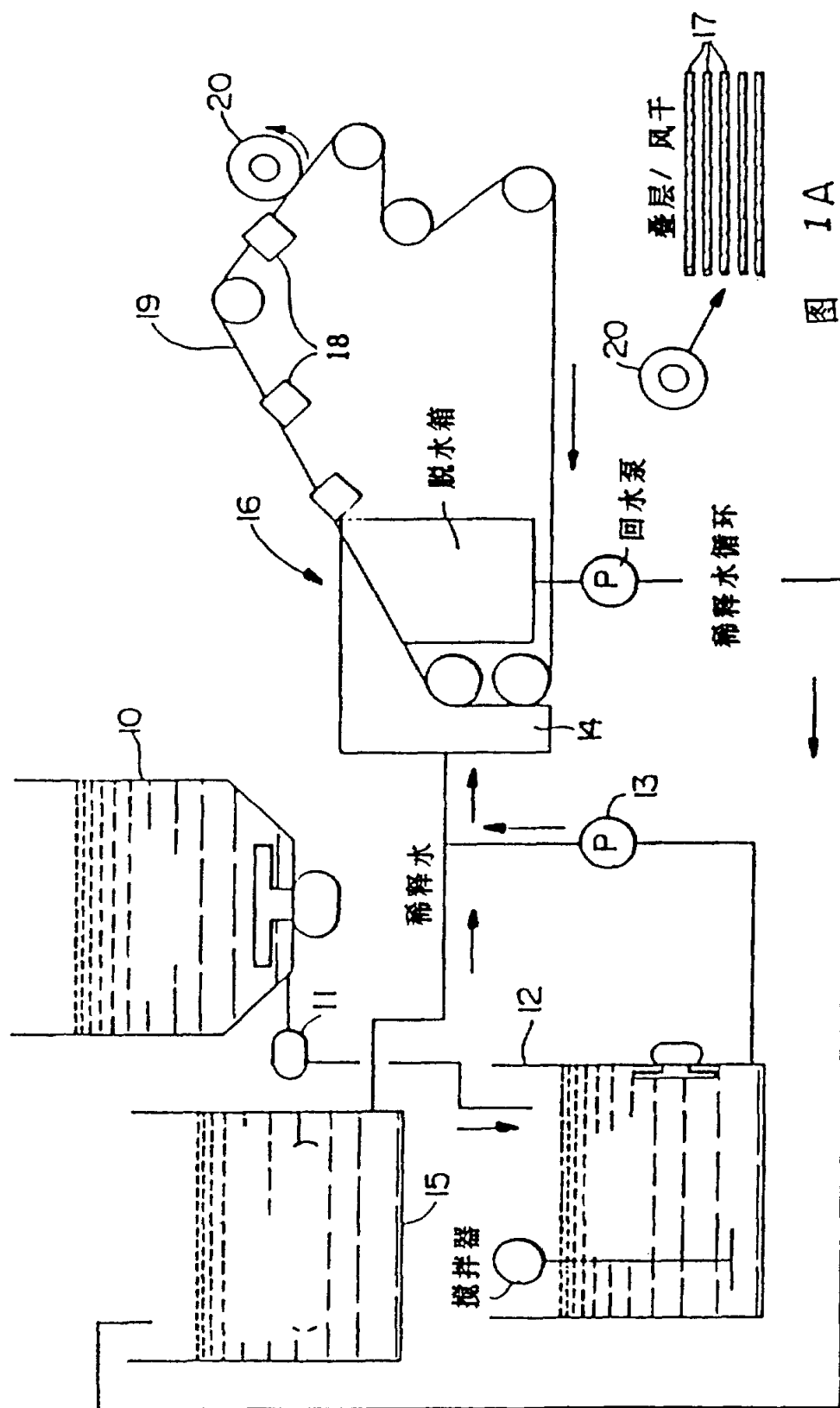


图 1A

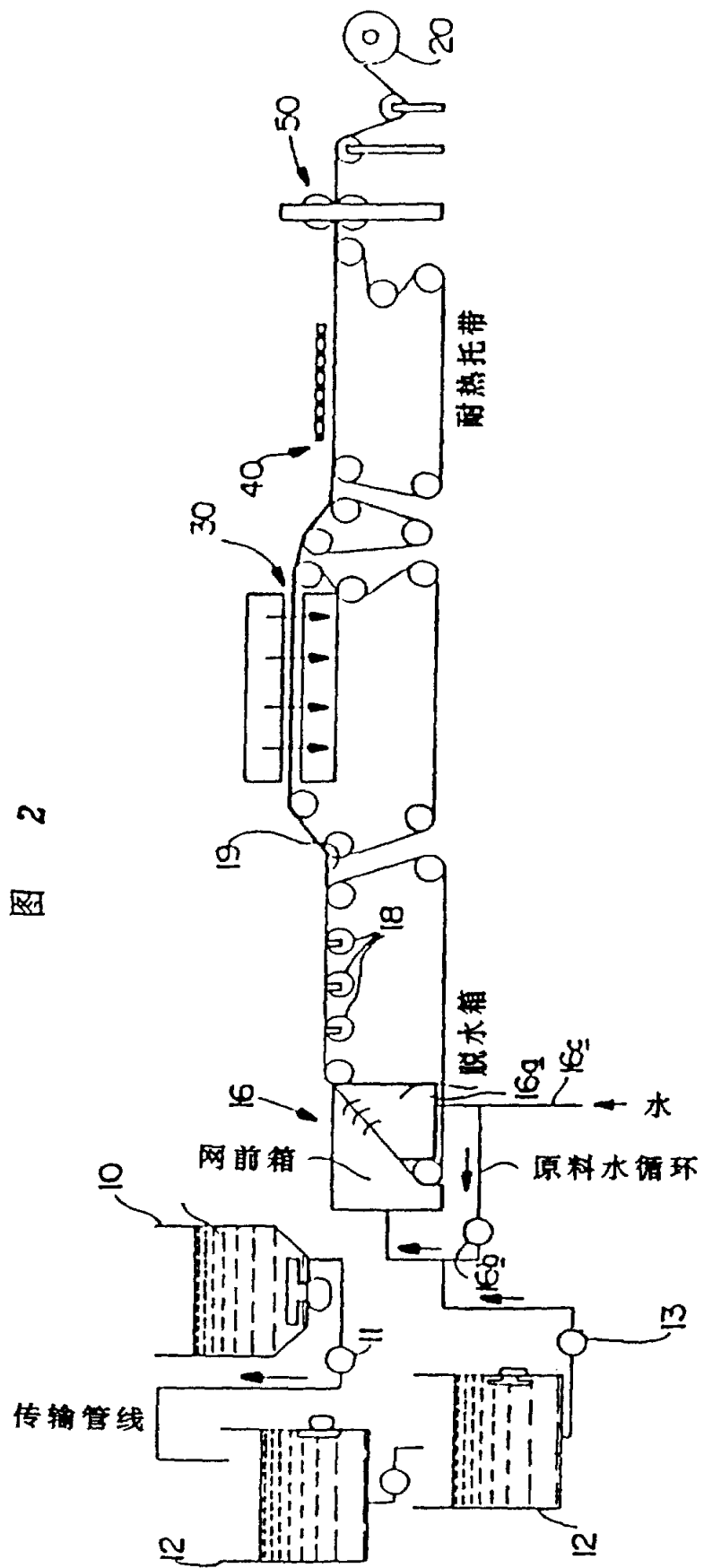


图 3

