



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104999763 B

(45)授权公告日 2019.02.12

(21)申请号 201510344777.4

B32B 37/15(2006.01)

(22)申请日 2015.06.19

B32B 38/00(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

B32B 38/08(2006.01)

申请公布号 CN 104999763 A

B32B 38/18(2006.01)

(43)申请公布日 2015.10.28

B32B 38/16(2006.01)

(73)专利权人 安徽工程大学

C23C 14/35(2006.01)

地址 241000 安徽省芜湖市鸠江区北京中路

C23C 14/06(2006.01)

(72)发明人 杨莉 徐文正 凤权 马翔

尹良舟

(56)对比文件

CN 1044256 A,1990.08.01,

CN 101224649 A,2008.07.23,

CN 103112309 A,2013.05.22,

CN 104191720 A,2014.12.10,

CN 203110460 U,2013.08.07,

CN 2063952 U,1990.10.17,

CN 202163064 U,2012.03.14,

KR 20140080654 A,2014.07.01,

(74)专利代理机构 芜湖安汇知识产权代理有限公司 34107

代理人 马荣

审查员 李闪

(51)Int.Cl.

B32B 37/06(2006.01)

B32B 37/10(2006.01)

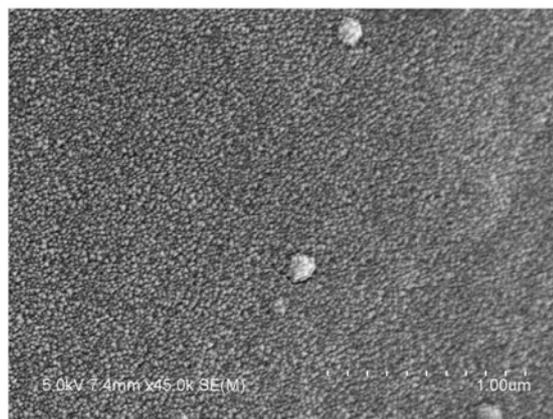
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,利用磁控溅射的方法,在纤维增强体表面构建一层柔性纳米材料,以提高增强体材料的柔韧性及与基体材料之间的表面结合能。与现有技术相比,本发明采用磁控溅射所得的薄膜致密性好,纯度高,基材和薄膜的结合性好,而且对基材没有损伤。在起到柔性界面层作用的同时,可以提供给复合材料相应的功能性。



1. 一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

(1)、将纺织结构增强体清洗烘干后作为基底,放入磁控溅射装置室内,反应室抽真空,充入高纯氩气作为反应气;

(2)、采用直流溅射电源,在增强体基材上溅射沉积柔性膜;

(3)、将步骤(2)处理后的具有柔性膜的增强体材料与基体材料进行复合工艺,制备复合材料;

步骤(2)中溅射条件为压强0.5-10Pa,功率10-100W,气体流量20-60sccm,溅射时间5-100min;

步骤(1)中所述的纺织结构增强体选自玄武岩无纬布;

步骤(2)中,所述柔性膜选自金属铜或二氧化硅;

步骤(3)中基体材料选自硼酚醛树脂;

步骤(3)中层压成型工艺为:将通过步骤(2)处理后的具有柔性膜的增强体材料与硼酚醛树脂以4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布;将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出、在模具中铺层,采用层压成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为5-7MPa、层压温度为170-190℃,采用自然冷却方式,制得复合材料。

一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料制备领域,具体涉及一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法。

背景技术

[0002] 纺织复合材料是由纺织结构(纤维、纱线、平面织物,三维纺织构件等)增强体和聚合物基体组成的,且在增强体和基体之间存在明显的界面,而增强体/基体界面结合的程度会对复合材料的力学性能产生较大的影响。

[0003] 通常纺织增强复合材料是由高强高模的增强纤维和低强低模的基体树脂复合而成,增强纤维可以为碳纤维、玻璃纤维、芳纶类纤维、陶瓷类和金属类纤维。基体大都为高聚物树脂,如热固型树脂、热塑性树脂、共混类聚合物和耐高温聚合物树脂等。而碳纤维、玻璃纤维及玄武岩纤维等都存在脆性大、表面光滑、质脆、抗剪切性能差等缺点,这给复合材料的制备及最终产品性能带来了一系列的缺陷,因此需要对复合材料增强体表面进行改性处理,增强复合材料增强体与基体材料之间的界面结合力。

[0004] 现有技术中,对纺织增强复合材料界面改性常用的方法有:偶联剂处理法、表面涂层法、酸碱处理法、等离子体处理法等。但是处理后结合力达不到要求。

发明内容

[0005] 为解决上述技术问题,本发明提供一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,在起到柔性界面层作用的同时,可以提供给复合材料相应的功能性,如良好的电磁屏蔽性能、良好的紫外吸收性能等,应用于工业、航天、航空等领域。

[0006] 本发明提供的一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1)、将纺织结构增强体清洗烘干后作为基底,放入磁控溅射装置室内,反应室抽真空,充入高纯氩气作为反应气;

[0008] (2)、采用直流溅射电源,在增强体上溅射沉积柔性膜;

[0009] (3)、将步骤B处理后的具有柔性膜的增强体材料与基体材料进行复合工艺,制备复合材料。

[0010] 步骤(1)中所述的纺织结构增强体选自但不限于碳纤维织物、玻璃纤维织物、玄武岩纤维织物,纤维织物形式可以是机织物、针织物或是非织造织物。

[0011] 进一步的,步骤(1)中所述的纺织结构增强体选自玄武岩无纬布;

[0012] 步骤(2)中所述柔性膜选自金属、合金、金属氧化物、碳化物、氮化物或聚合物;进一步的,所述柔性膜选自金属铜或二氧化硅。

[0013] 步骤(2)中溅射条件为压强0.5-10Pa,功率10-100W,气体流量20-60sccm,溅射时间5-100min。

[0014] 步骤(3)中基体材料选自高分子聚合物基、金属基、陶瓷基、碳基;

[0015] 进一步的,步骤(3)中基体材料选自硼酚醛树脂。

[0016] 步骤(3)中采用的复合加工方式,包括但不限于层压成型工艺、手糊法、袋压成型工艺。

[0017] 进一步的,步骤(3)中层压成型工艺为:将通过步骤(2)处理后的具有柔性膜的增强体材料与硼酚醛树脂以4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,干燥后,预烘干,在模具中采用层压成型工艺制得复合材料。

[0018] 进一步的,步骤(3)中层压成型工艺为:将通过步骤(2)处理后的具有柔性膜的增强体材料与硼酚醛树脂以4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布;将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出、在模具中铺层,采用层压成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为5-7MPa、层压温度为170-190℃,采用自然冷却方式,制得复合材料。

[0019] 本发明采用磁控溅射的方法在纤维增强体表面构建一层柔性纳米材料,以提高增强体材料的柔韧性及与基体材料之间的表面结合能。磁控溅射所得的薄膜致密性好,纯度高,基材和薄膜的结合性好,而且对基材没有损伤。柔性纳米界面层材料的选择可根据增强体材料的性能特点及最终产品性能要求进行选择。

[0020] 界面是是将纤维和基体有机结合在一起的层状作用区,是影响纤维复合材料最主要因素,复合材料所受外力通过界面向纤维或基体传递给各自的对方,形成整体的宏观力学行为,同时又对复合材料本身起到保护或特殊功能作用,使纤维增强复合材料能适应于不同场合。因此,提高复合材料的界面结合能达到改善复合材料性能的目的。本发明利用磁控溅射技术在增强体表面构建一层纳米材料,利用纳米材料特性达到提高增强材料的柔韧性及与基体材料之间的表面结合能的目的。

[0021] 磁控溅射是利用离子轰击靶材表面,把靶材原子轰击出来溅射沉积在基材表面形成薄膜的过程。磁控溅射的原理是在仪器通电启动后,先将基材放入真空室内,再将真空室抽成真空,然后通入氩气等气体,调节至所需压强,开启电压,此时电子将在电场的作用下,向基材方向运动,在这个过程中,电子会与氩原子发生碰撞,当电子的能量高于氩原子的电离能之后,氩原子电离出电子和氩离子,此时,氩离子在电场的作用下向靶材运动并轰击靶材,大量的靶材原子或者原子团从靶材表面溅射出来,并运动到基材表面,沉积形成薄膜。磁控溅射所得的薄膜致密性好,纯度高,基材和薄膜的结合性好,而且对基材没有损伤,且薄膜粒径尺寸小,可达到纳米尺寸大小。当材料达到纳米粒子的尺寸时,致使材料的粒子表面积、表面能都迅速增加,同时,也使其材料表面原子周围出现较多的悬空键,使其表面具有较强的化学和催化活性,提高了与基体结合的能力,有利于惰性纤维与基体材料的结合,并且当纳米粒子的尺寸与传导电子的德布罗意波长相当或更小时,周期性的边界受到破坏、磁性、内压、光吸收、热阻、化学活性、催化性及熔点等都较普通粒子发生了很大的变化,可提供给复合材料一些特殊的性能。磁控溅射靶材料材料包括各种金属、合金、金属氧化物、碳化物、氮化物等,根据复合材料增强体材料及复合材料使用领域进行选择。

附图说明

[0022] 下面结合附图和具体实施方式对本发明做进一步说明。

[0023] 图1是实施例1制作的玄武岩无纬布上溅射的单层铜膜的SEM图;

[0024] 图2是实施例2制作的玄武岩无纬布上溅射的单层二氧化硅SEM图；

[0025] 图3是实施例3制作的玄武岩无纬布上溅射的单层铜膜的SEM图。

具体实施方式

[0026] 实施例1

[0027] 一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0028] (1)、玄武岩无纬布清洗、烘干后作为基底,放入磁控溅射装置室内,反应室抽真空,充入高纯氩气作为反应气;

[0029] (2)、用99.99%金属铜作为溅射靶材;调节压强0.5Pa,功率40W,气体流量20sccm,在玄武岩无纬布基底上溅射铜膜,溅射5min,得到有单层铜膜的玄武岩无纬布。

[0030] (3)、将通过步骤(2)处理后的具有金属铜柔性膜的玄武岩无纬布按织物与树脂4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布;将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出,采用层压成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为5MPa、层压温度为170℃、玄武岩增强纤维含量为37%、采用自然冷却方式。根据GB1449-2005标准和GB1447-2005标准对复合材料进行抗弯性能和拉伸性能进行测试,其抗弯强度为404.81MPa,抗拉强度为204.01MPa。

[0031] 实施例2

[0032] 一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0033] (1)、玄武岩无纬布清洗、烘干后作为基底,放入磁控溅射装置室内,反应室抽真空,充入高纯氩气作为反应气;

[0034] (2)、用99.99%金属氧化物二氧化硅作为靶材;调节压强5Pa,功率50W,气体流量40sccm,在玄武岩无纬布基底上溅射二氧化硅膜,溅射60min,得到有单层二氧化硅膜的玄武岩无纬布。

[0035] (3)、将通过步骤(2)处理后的具有二氧化硅柔性膜的玄武岩无纬布按织物与树脂4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布。将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出、在自制模具中铺层,采用层压成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为7MPa、层压温度为190℃、玄武岩增强纤维含量为37%、采用自然冷却方式。对复合材料进行抗弯曲性能测试,其抗弯强度为414.237MPa,抗拉强度为370.089MPa。

[0036] 实施例3

[0037] 一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0038] (1)、玄武岩无纬布清洗、烘干后作为基底,放入磁控溅射装置室内,反应室抽真空,充入高纯氩气作为反应气;

[0039] (2)、用99.99%金属铜作为溅射靶材;调节压强1Pa,功率70W,气体流量40sccm,在玄武岩无纬布基底上溅射铜膜,溅射30min,得到有单层铜膜的玄武岩无纬布。

[0040] (3)、将通过步骤(2)处理后的具有金属铜柔性膜的玄武岩无纬布按织物与树脂4:6的质量比浸渍于硼酚醛树脂溶液中,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布;将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出,采用层压

成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为5MPa、层压温度为170℃、玄武岩增强纤维含量为37%、采用自然冷却方式。根据GB1449-2005标准和GB1447-2005标准对复合材料进行抗弯性能和拉伸性能进行测试,其抗弯强度为498.44MPa,抗拉强度为150.055MPa。

[0041] 实施例1-3中的硼酚醛树脂溶液制备方法为:将硼酚醛树脂粉碎,用乙醇溶液配制成含胶量为30%的硼酚醛树脂溶液。

[0042] 对比例1

[0043] 一种柔性纳米界面纺织复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0044] (1) 以玄武岩无纬布为增强体,将硼酚醛树脂粉碎,用乙醇溶液配制成含胶量为30%的胶液,再按织物与树脂4:6的质量比浸渍,然后置于通风处干燥1天以上,得到预浸布;将干燥好的预浸布切割成20mm×180mm尺寸,放入110~120℃烘箱中预烘30min,然后取出,采用层压成型工艺制得连续玄武岩单向布增强硼酚醛树脂基复合材料,层压工艺为层压压强为5MPa、层压温度为170℃、玄武岩增强纤维含量为37%、采用自然冷却方式。根据GB1449-2005标准和GB1447-2005标准对复合材料进行抗弯性能和拉伸性能进行测试,其抗弯强度为87.67MPa,抗拉强度为60.65MPa。

[0045] 实施例1-3与对比例1相比,以本发明提供的方法制备的玄武岩无纬布柔性纳米界面纺织复合材料的抗弯强度和抗拉强度比对比例1制备的复合材料显著提高。

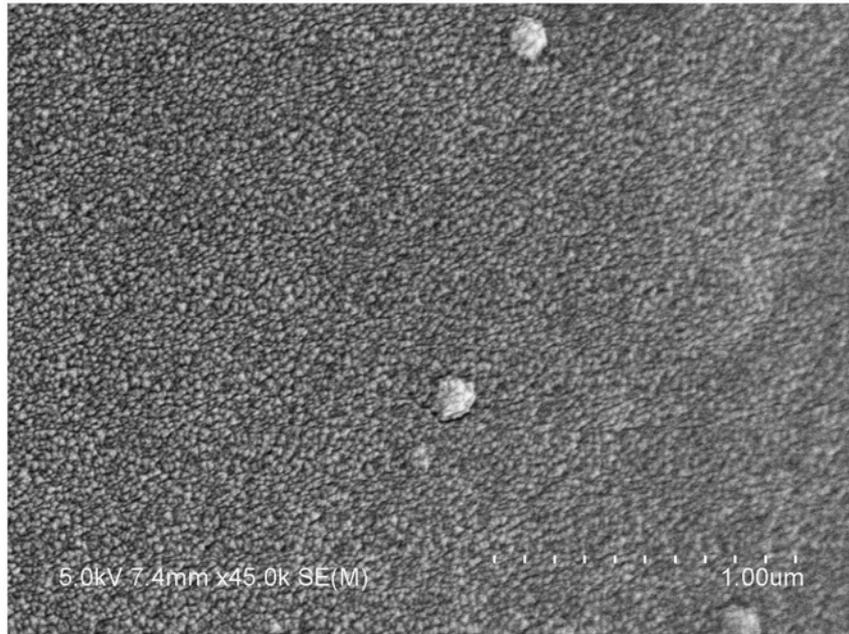


图1

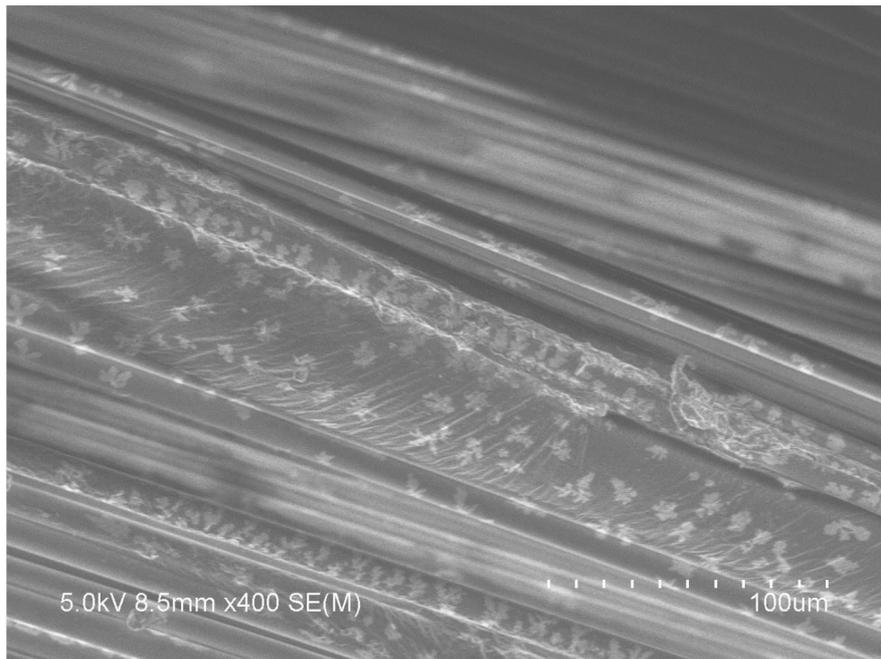


图2

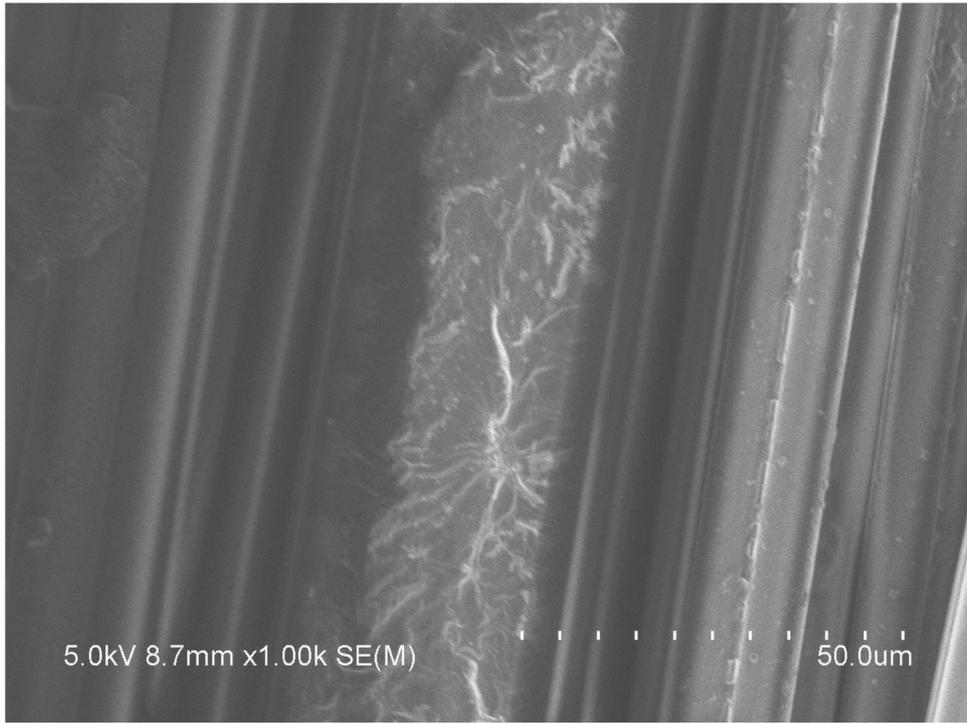


图3