



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110088855 B

(45) 授权公告日 2021.03.02

(21) 申请号 201780078177.5

(22) 申请日 2017.12.18

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110088855 A

(43) 申请公布日 2019.08.02

(30) 优先权数据
15/382,834 2016.12.19 US
62/578,732 2017.10.30 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2019.06.17

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2017/058060 2017.12.18

(87) PCT国际申请的公布数据
W02018/116127 EN 2018.06.28

(73) 专利权人 3M创新有限公司
地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 迈克尔·S·格拉夫
萨丁德·K·纳亚尔
巴拉特·R·阿查里雅
查尔斯·L·布鲁松

弗林·谢尔哈斯
蒂莫西·J·罗威尔
德里克·J·德恩
克林特·J·诺沃提尼

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

代理人 牛海军

(51) Int.Cl.
H01F 1/26 (2006.01)
H01F 1/36 (2006.01)

(56) 对比文件
JP 4725020 B2,2011.07.13
Christine D. Caroselli, et
al. Molecular weight effects on the
mechanical properties of novel epoxy
thermoplastics.《High Performance
Polymers》.2012,第24卷(第3期),161-172.

乔秀颖等. SEEPS基热塑性磁流变弹性体复
合材料的制备、结构与性能.《磁性材料及器件》
.2013,(第05期),

审查员 雷志威

权利要求书1页 说明书21页 附图1页

(54) 发明名称

包含软铁磁颗粒材料的热塑性聚合物复合
材料及其制备方法

(57) 摘要

聚合物复合材料,该聚合物复合材料包含热
塑性聚合物网络结构和软铁磁颗粒材料。聚合物
复合材料可用作例如磁通量场定向材料。本公开
还涉及制备本公开的聚合物复合材料例如聚合
物复合片材的方法。在一个实施方案中,本公开
提供了一种聚合物复合材料,该聚合物复合材料
包含热塑性聚合物网络结构;以及分布在热塑性
聚合物网络结构中的软铁磁颗粒材料。基于聚合
物复合材料的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分
数可在0.80至0.98之间,并且/或者热塑性聚合
物可具有在 5×10^4 g/mol至 5×10^7 g/mol之间的

数均分子量。在某些示例性实施方案中,该方法
还包括在施加压缩力的同时向聚合物复合材料
片材施加振动能量,优选地施加超声能量。

1. 一种聚合物复合材料,所述聚合物复合材料包含:
热塑性聚合物网络结构;以及
分布在所述热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于所述聚合物复合材料的总重量,所述软铁磁颗粒材料的重量分数在0.80至0.98之间,并且所述热塑性聚合物具有在 $3 \times 10^6 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。
2. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中所述聚合物复合材料的密度为从 1.5g/cm^3 至 6g/cm^3 。
3. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于所述薄片的所述第一主表面的厚度,其中所述软铁磁颗粒薄片材料的所述薄片具有中值直径D50和中值最大厚度 T_m ,并且中值纵横比 $D50/T_m$ 在5/1至1000/1之间,其中所述热塑性聚合物网络结构具有中值孔径P,并且 $D50 > 2P$,并且其中D50在25微米至5000微米之间,并且P在50纳米至25微米之间。
4. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒材料为Fe-Cr合金、Fe-Si合金、FeCoB、Fe基无定形合金、纳米结晶Fe基氧化物,和纳米结晶Fe基氮化物、镍基合金、CoNbZr和硼基无定形合金中的至少一者。
5. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中所述聚合物复合材料为片材形式,所述片材具有第一主表面和在20微米至5000微米之间的厚度,并且其中所述软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于所述薄片的所述第一主表面的厚度,其中所述薄片的大部分所述第一主表面被定向成在所述聚合物复合片材的相邻第一主表面的至少25度内。
6. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中软铁磁材料的矫顽力小于或等于 1000A/m ,其中磁饱和感应在600mT至1000mT之间,并且其中相对磁导率的量值在1MHz下大于70。
7. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物网络结构任选地通过可混溶热塑性聚合物-溶剂溶液的引致的相分离制备,其中所述引致的相分离为热致相分离和溶剂致相分离中的至少一者。
8. 根据权利要求1所述的聚合物复合材料,其中基于所述聚合物复合材料的总体积,软铁磁颗粒材料的体积分数在0.10至0.80之间。
9. 一种制备具有第一主表面的聚合物复合片材的方法,所述方法包括:
提供具有在 $3 \times 10^6 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量的热塑性聚合物、所述热塑性聚合物可溶于其中的溶剂和软铁磁颗粒材料;
混合所述热塑性聚合物、溶剂和软铁磁颗粒材料以形成包含所述软铁磁颗粒材料的可混溶热塑性聚合物-溶剂溶液;
将包含所述软铁磁颗粒的所述热塑性聚合物-溶剂溶液形成为片材;
引致所述热塑性聚合物从所述溶剂相分离;以及
去除所述溶剂的至少一部分,从而形成聚合物复合片材,所述聚合物复合片材具有热塑性聚合物网络结构和分布在所述热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中所述软铁磁颗粒材料的重量分数基于所述聚合物复合片材的总重量为0.80至0.98。

包含软铁磁颗粒材料的热塑性聚合物复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明整体涉及包含热塑性聚合物网络结构和软铁磁颗粒材料的聚合物复合材料。聚合物复合材料可用作例如磁通量场定向材料。本发明还涉及制备本公开的聚合物复合材料的方法。

[0002] 背景

[0003] 本领域已公开了可用于改变磁场的各种复合材料。此类复合材料在例如美国专利 5,827,445;5,828,940和9,105,382 B2和美国专利公布2005/0012652 A1和2006/0099454 A1中有所描述。另外,本领域已公开了用于形成多孔聚合物材料的各种方法。这些复合材料在例如美国专利5,196,262和6,524,742 B1中有所描述。

发明内容

[0004] 在一个方面,本公开提供一种聚合物复合材料,该聚合物复合材料包含热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于聚合物复合材料的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数在0.80至0.98之间,并且热塑性聚合物具有在 $5 \times 10^4 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。

[0005] 在另一方面,本发明提供一种制备具有第一主表面的聚合物复合片材的方法,该方法包括:(i)提供具有在 $5 \times 10^4 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量的热塑性聚合物、该热塑性聚合物能够溶于其中的溶剂和软铁磁颗粒材料,(ii)将热塑性聚合物、溶剂和软铁磁颗粒材料混合以形成包含软铁磁颗粒材料的可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液,(iii)将包含软铁磁颗粒的热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材,(iv)引致热塑性聚合物从溶剂相分离,以及(v)去除至少一部分溶剂,从而形成聚合物复合片材,该聚合物复合片材具有热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于聚合物复合片材的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数为0.80和0.98。

[0006] 任选地,该方法还包括在施加压缩力的同时将振动能量施加到聚合物复合片材。优选地,振动能量为超声能。

[0007] 已总结本公开的示例性实施方案的各种方面和优点。上面的发明内容并非旨在描述本公开的当前某些示例性实施方案的每个例示的实施方案或每种实施方式。下面的附图和具体实施方式更具体地举例说明了使用本文所公开的原理的某些优选实施方案。

附图说明

[0008] 结合附图考虑本公开的各种实施方案的以下详细描述可更全面地理解本公开,其中:

[0009] 图1示出了根据本公开的一个示例性实施方案的示例性聚合物复合材料的横截面SEM图像。

[0010] 图2示出了根据本公开的一个示例性实施方案的图1的示例性聚合物复合材料在聚合物复合材料已被致密化之后的横截面SEM图像。

[0011] 在说明书和附图中重复使用的参考符号旨在表示本公开的相同或类似的特征结构或元件。附图可不按比例绘制。

[0012] 应当理解,本领域的技术人员可以设计出许多落入本公开原理的范围内及符合本公开原理的实质的其它修改形式和实施方案。除非另外指明,否则本文所使用的所有科学和技术术语具有在本领域中普遍使用的含义。本文提供的定义将有利于理解本文频繁使用的某些术语,并且不意味着限制本公开的范围。

具体实施方式

[0013] 对于以下定义术语的术语表,除非在权利要求书或说明书中的别处提供不同的定义,否则整个申请应以这些定义为准。

[0014] 术语表

[0015] 关于特定层的术语“邻接”意指在某一位置与另一层接合或附接到另一层,在该位置处,两个层彼此紧挨(即,相邻)并直接接触,或彼此邻接但不直接接触(即,在两个层之间插入一个或多个附加层)。

[0016] 通过所公开的涂覆制品中的各种元件的位置使用取向术语诸如“在...顶上”、“在...上”、“在...之上”“覆盖”、“最上方”、“在...下面”等,我们指元件相对于水平设置的、面向上方的基底的相对位置。然而,除非另外指明,否则本发明并非旨在基底或制品在制造期间或在制造后应具有任何特定的空间取向。

[0017] 通过使用术语“外覆”来描述层相对于本公开的制品的基底或其它元件的位置,我们将该层称为在基底或其它元件的顶上,但未必与基底或其它元件邻接。

[0018] 通过使用术语“由...隔开”来描述某层相对于其它层的位置,我们将该层称为被定位在两个其它层之间,但未必与任一层邻接或相邻。

[0019] 关于数值或形状的术语“约”或“大约”意指该数值或属性或特征的 $\pm 5\%$,但明确地包括确切的数值。例如,“约”1Pa-sec的粘度是指粘度为0.95Pa-sec至1.05Pa-sec,但也明确地包括刚好1Pa-sec的粘度。类似地,“基本上正方形”的周边旨在描述具有四条侧棱的几何形状,其中每条侧棱的长度为任何其它侧棱的长度的95%至105%,但也包括其中每条侧棱刚好具有相同长度的几何形状。除非另外指明,否则本说明书和实施方案中所使用的表达量或成分、性质测量等的所有数字在所有情况下均应理解成由术语“约”来修饰。

[0020] 关于属性或特征的术语“基本上”意指该属性或特征表现出的程度大于该属性或特征的相背对面表现出的程度。例如,“基本上”透明的基底是指与不透射(例如,吸收和反射)相比透射更多辐射(例如,可见光)的基底。因此,透射入射在其表面上的可见光多于50%的基底是基本上透明的,但透射入射在其表面上的可见光的50%或更少的基底不是基本上透明的。

[0021] 如本说明书和所附实施方案中所用,除非内容清楚指示其它含义,否则单数形式“一个”、“一种”和“所述”包括多个指代物。因此,例如,关于包含“一种复合物”的细旦纤维包括两种或更多种复合物的混合物。如本说明书和所附实施方案中所用的,除非内容清楚指示其它含义,否则术语“或”通常以其包括“和/或”的含义使用。

[0022] 整个本说明书中关于的“一个实施方案”、“某些实施方案”、“一个或多个实施方案”或“实施方案”,无论在术语“实施方案”前是否包括术语“示例性的”都意指结合该实施

方案描述的特定特征部、结构、材料或特征包括在本公开的某些示例性实施方案中的至少一个实施方案中。因此,在整个本说明书的各处出现的短语诸如“在一个或多个实施方案中”、“在某些实施方案中”、“在一个实施方案中”或“在实施方案中”不一定是指本公开的某些示例性实施方案中的同一实施方案。此外,特定特征、结构、材料或特性可在一个或多个实施方案中以任何合适的方式组合。

[0023] 在不脱离本公开实质和范围的情况下,可对本公开的示例性实施方案进行各种修改和更改。因此,应当理解,本公开的实施方案并不限于以下描述的示例性实施方案,而应受权利要求书及其任何等同物中示出的限制因素控制。

[0024] 待解决的问题的说明

[0025] 持续需要在多种电子装置(包括但不限于移动/手持装置,诸如电话、平板电脑、视频游戏、膝上型计算机等)内包括新的和改善的功能,例如无线功率充电。随着对在这些便携式电子装置中添加功能的需求的增加,这些装置内用于对应的部件的可用空间减小。此外,这些新的和改善的功能对为这些装置供电所需的电池的容量提出了更大的需求。因此,越来越需要更高的无线功率充电(WPC)能力。

[0026] 无线功率充电是最近添加到移动/手持装置的功能之一。与WPC相关的一个典型要求是需要将磁场集中和/或引导至电子装置内的特定位置,同时将其它区域从磁场屏蔽。通量场定向材料(FFDM)可用于该目的。FFDM可将磁通密度引导穿过其自身并穿过WPC装置的接收器线圈,从而防止磁通到达附近的金属部件诸如电池壳体。随着与对电子装置电池再充电相关的功率需求的增加,例如对更高功率的要求和增加的功率传输速率,FFDM需要能够集中和重新导向不断增加的磁通量。

[0027] 由于多种电子装置设计,另一个需要是具有易于被配置成适配在装置内的所需空间中的FFDM。就这一点而言,柔性材料是所需的。然而,最常用的当前FFDM材料(铁氧体片材)往往是刚性且不柔性的。

[0028] 另外,无定形或纳米结晶带状物(纳米带状物)具有重新导向高磁通量密度的能力,但结合到消费电子装置中更昂贵。它们还限于较低频率的应用,这是由于它们相对高的电导率以及由此导致的损耗涡流的感应。铁氧体片材限于相对低的饱和磁通量密度,并且在制造时非常难以在不发生破损的情况下成型、转换或处理。因此,优选的是使用常规的复合材料进行无线功率传输。然而,由于加工限制,当前复合材料中所需磁性薄片的最大负载水平仅为约50体积%,限制了它们在高功率传输应用中的效用。

[0029] 另外,与例如铁氧体相比,用于制备复合材料的当前方法导致更高成本的材料。尽管存在成本劣势,但复合材料已被用于低功率传输速率(约5W)的一些FFDM应用。然而,这些材料在下一代装置中限制和重新导向较高功率传输速率(15W和以上)所需的较高通量密度的能力有限。另外,由于WPC协议涉及较高频率(在一些情况下超过1MHz),因此FFDM将必须满足当前复合材料无法实现的更严格的材料要求(例如,较低电阻率)。总体上,需要能够具有以下中的至少一者的改善的FFDM材料:改善的成形特性,例如改善的柔韧性,增加的功率传输水平和更低的成本。

[0030] 现在将具体参考附图对本公开的各种示例性实施方案进行描述。在不脱离本公开实质和范围的情况下,可对本公开的示例性实施方案进行各种修改和更改。因此,应当理解,本公开的实施方案并不限于以下所述的示例性实施方案,而应受权利要求书及其任何

等同物中示出的限制因素的控制。

[0031] 因此,在一个示例性实施方案中,本公开提供了一种独特的聚合物复合材料,该聚合物复合材料能够例如用作具有改善的性能的FDDM。本公开的聚合物复合材料包含热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料。

[0032] 制备聚合物复合材料的独特方法(该方法包括引致包含软铁磁颗粒材料的热塑性聚合物溶剂混合物的相分离)允许在聚合物材料内软铁磁颗粒材料的负载非常高(高达约80体积%)以及低的聚合物含量(低至约4重量%),这是由于在制造过程期间形成的热塑性聚合物网络结构。因此,可使用聚合物复合材料的大约100微米厚的膜来实现高饱和磁通量密度,例如0.67T,这将使得这些聚合物复合材料能够改善电子装置的高功率无线充电能力。复合材料的独特结构(该复合材料包含热塑性聚合物网络结构)还能够改善柔韧性并且形成本公开的聚合物复合材料的特性。

[0033] 在一个实施方案中,本公开提供了一种聚合物复合材料,该聚合物复合材料包含热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于聚合物复合材料的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数在0.80至0.98之间,并且热塑性聚合物具有在 $5 \times 10^4 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。热塑性聚合物网络结构可被认为是三维网状结构。

[0034] 热塑性聚合物网络结构固有地为多孔的,并且可具有连续的多孔网络结构。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构的至少一部分为连续的热塑性聚合物网络结构。在一些实施方案中,至少10重量%、至少30重量%、至少50重量%、至少70重量%、至少90重量%、至少95重量%或甚至整个热塑性聚合物网络结构是连续的热塑性聚合物网络结构。

[0035] 应当指出的是,与分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料相关联的聚合物复合材料的体积的部分不被认为是热塑性聚合物网络结构的一部分。在一些实施方案中,软铁磁颗粒材料均匀分布在热塑性聚合物网络结构内。在一些实施方案中,当软铁磁颗粒材料为各向异性的、软铁磁颗粒材料时,各向异性的、软铁磁颗粒材料可无规分布在热塑性聚合物网络结构内。所谓“无规的”是指颗粒材料相对于其各向异性没有定向。在一些实施方案中,当软铁磁颗粒材料为各向异性的、软铁磁颗粒材料时,各向异性的、软铁磁颗粒材料可均匀且无规分布在热塑性聚合物网络结构内。

[0036] 在一些实施方案中,当软铁磁颗粒材料为各向异性的、软铁磁颗粒材料时,各向异性的、软铁磁颗粒材料可分布为使得各向异性的、软铁磁颗粒材料定向在热塑性聚合物网络结构内。在一些实施方案中,当软铁磁颗粒材料为各向异性的、软铁磁颗粒材料时,各向异性的、软铁磁颗粒材料可均匀分布为使得各向异性的、软铁磁颗粒材料定向在热塑性聚合物网络结构内。

[0037] 现在转向附图,图1示出了本公开的示例性聚合物复合材料的横截面的SEM显微照片。图1的聚合物复合材料包括以薄片的形式软铁磁颗粒材料,该薄片具有在约30微米至约100微米的范围内的长度尺寸,并且通常具有在约1微米至约5微米的范围内的厚度。薄片的长度尺寸通常平行于聚合物复合材料的顶部表面。因为图像为横截面的图像,所以薄片看起来像大致彼此平行行进的针状物体。在薄片之间观察到热塑性聚合物网络结构,并且该热塑性聚合物网络结构包括多个互连的热塑性原纤。

[0038] 在该示例性实施方案中,热塑性原纤通常具有约5微米至约15微米的长度,并且具

有大致约1微米至约3微米的厚度(即宽度)。基于用于制造图1的聚合物复合材料的方法,该方法涉及引导包含软铁磁颗粒材料的热塑性聚合物溶剂混合物的相分离,然后萃取溶剂,图1所示的热塑性聚合物网络结构为连续的热塑性聚合物网络结构。

[0039] 在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构包括多个互连的热塑性原纤。互连的热塑性原纤可直接粘附到软铁磁颗粒材料的表面上,并且充当软铁磁颗粒材料的粘结剂,即在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构为软铁磁颗粒材料的粘结剂。

[0040] 尽管不希望受理论的束缚,但据认为,与常规复合材料即不具有热塑性聚合物网络结构的复合材料相比,热塑性聚合物网络结构的形成使本公开的聚合物复合材料具有改善的柔韧性,同时能够更高质量/体积加载软铁磁颗粒材料。令人惊奇的是,该独特的构造能够在最终使用应用中实现更好的处理特性,这可能是由于热塑性聚合物网络结构的更柔性性质,同时具有改善的作为磁性FFDM的性能,这可能是由于在聚合物复合材料内获得较高负载的软铁磁颗粒材料的能力。

[0041] 为了增加本公开的聚合物复合材料的磁性FFDM特性,希望增加聚合物复合材料中的软铁磁颗粒材料的量。在一些实施方案中,基于聚合物复合材料的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数可在0.80至0.98之间、在0.85至0.97之间或甚至在0.90至0.96之间。在一些实施方案中,基于聚合物复合材料的总体积,软铁磁颗粒材料的体积分数可在0.10至0.80之间、在0.20至0.80之间、在0.30至0.80之间、在0.10至0.75之间、在0.20至0.75之间、在0.30至0.75之间、在0.10至0.70之间、在0.20至0.70之间或甚至在0.30至0.70之间。

[0042] 另外,为了增加本公开的聚合物复合材料的磁FFDM特性,希望具有高密度的聚合物复合材料。增加聚合物复合材料的密度可以多种方式实现,包括但不限于使用更高密度的软铁磁颗粒材料;在聚合物复合材料中使用较高重量分数的软铁磁颗粒材料;和/或者使聚合物复合材料的热塑性聚合物网络结构的一部分致密化。

[0043] 本公开的聚合物复合材料的独特结构提供不可用于常规复合材料的使聚合物复合材料致密化的替代手段,因为本公开的聚合物复合材料的热塑性聚合物网络结构可通过施加压缩力或张力中的至少一者来塌缩,从而使聚合物复合材料致密化。虽然可实现高密度,但致密化方法可在产生热塑性聚合物网络结构的热塑性聚合物的塑性变形的温度下进行,这允许热塑性聚合物网络结构的一小部分得以保留。

[0044] 该方法产生具有增强的FFDM特性(与未塌缩的聚合物复合材料相比)同时仍保持与热塑性聚合物网络结构的柔韧性相关的改善的处理特性的高密度材料。一般来讲,不希望将熔融热塑性聚合物网络结构的温度下塌缩热塑性聚合物网络结构,因为这可导致热塑性聚合物网络结构的损失。在一些实施方案中,聚合物复合材料未暴露于高于热塑性聚合物的玻璃化转变温度的温度。

[0045] 在一些实施方案中,聚合物复合材料未暴露于高于热塑性聚合物的熔融温度的温度。在一些实施方案中,当两种或更多种热塑性聚合物类型用于热塑性聚合物中时,聚合物复合材料不暴露于高于热塑性聚合物的最高玻璃化转变温度的温度。在一些实施方案中,当两种或更多种热塑性聚合物类型用于热塑性聚合物中时,聚合物复合材料不暴露于高于热塑性聚合物的最高熔融温度的温度。

[0046] 图2示出了在热塑性聚合物网络结构已塌缩之后的图1的示例性聚合物复合材料的横截面SEM图像。与图1相比,聚合物复合材料已被致密化,其中软铁磁颗粒(在该实施方

案中为软铁磁颗粒薄片材料)被压缩在一起。薄片之间的间距已显著减小。

[0047] 与图1相比,图2的热塑性聚合物网络结构被显著减小,这是由于通过施加压缩力而使热塑性聚合物网络结构塌缩。压缩力的施加是在导致热塑性聚合物网络结构塑性变形的温度下进行的。尽管已形成高密度聚合物复合材料,但是热塑性聚合物的小区域在图2中仍是可辨别的。

[0048] 在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构可以是塑性变形的。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构可通过压缩力和张力中的至少一者塑性变形。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构可仅通过压缩力塑性变形。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构可仅通过张力进行塑性变形。

[0049] 聚合物复合材料的柔韧性可通过多种技术(诸如挠曲模量测试)或通过检查聚合物复合材料的片材围绕具有限定半径即限定曲率半径的圆柱形物体弯曲的能力来确定。在一些实施方案中,当聚合物复合材料为具有20微米至300微米之间的厚度的片材的形式时,聚合物复合材料能够弯曲以形成10mm、3mm或甚至5mm的曲率半径。在一些实施方案中,当聚合物复合材料为具有150微米的厚度的片材的形式时,聚合物复合材料能够弯曲以形成10mm、5mm或甚至3mm的曲率半径。

[0050] 在其中网络结构被至少压缩力塑性变形的一些实施方案中,可在施加压缩力期间赋予振动能量。在这些实施方案中的一些中,聚合物复合片材为具有无限(任何)长度的条带的形式,并且在条带穿过辊隙时执行施加压缩力的步骤。拉伸负载可在穿过此辊隙期间施加。

[0051] 例如,辊隙可在两个辊之间形成,其中至少一个辊施加振动能量;在辊和棒之间,其中至少一者施加振动能量;或者在两个棒之间,其中至少一者施加振动能量。压缩力和振动能量的施加可以连续的辊对辊方式或以步进和重复的方式来实现。

[0052] 在某些实施方案中,对具有定位在例如板和台板(其中至少一者施加振动能量)之间的有限长度的不连续片材执行施加压缩力步骤。

[0053] 在一些实施方案中,振动能量在超声范围(例如,20kHz)内,但其它范围被认为是合适的。当在施加压缩力期间采用振动能量时,可实现大于52体积%的颗粒分数,同时仍获得优异的磁性。可获得具有不大于240A/m、或甚至200A/m的磁性矫顽力的聚合物复合片材。

[0054] 当聚合物复合材料为具有第一主表面的片材的形式,并且当软铁磁颗粒具有基于长度尺寸/厚度尺寸的大于一(相对于形状例如薄片的各向异性颗粒)的至少一个纵横比时,热塑性聚合物、网络结构的变形(例如塑性变形)可相对于聚合物复合材料的第一主表面定向软铁磁颗粒的长度尺寸。

[0055] 将各向异性的软铁磁微粒的长度尺寸相对于聚合物复合片材的第一主表面对齐或定向可改善聚合物复合材料的FFDM特性。在一些实施方案中,聚合物复合材料为具有第一主表面的片材的形式,并且软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于薄片的第一主表面的厚度,其中薄片的第一主表面的大部分被定向为在聚合物复合片材的相邻的第一主表面的至少25度内。

[0056] 所谓“多数”是指薄片的第一主表面的至少50%的薄片被定向成在聚合物复合片材的相邻的第一主表面的至少25度内。在一些实施方案中,薄片的第一主表面的至少30%、至少50%、至少70%、至少80%、至少90%、至少95%、至少98%或甚至100%被定向为在聚

合物复合片材的相邻的第一主表面的至少25度、至少20度、至少15度或甚至至少10度内。

[0057] 在一些实施方案中,聚合物复合材料为具有第一主表面和在20微米至5000微米之间的厚度的片材的形式,并且软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于薄片的第一主表面的厚度,其中薄片的第一主表面的大部分被定向成在聚合物复合片材的相邻的第一主表面的至少25度内。

[0058] 聚合物复合材料的密度可根据所用的软铁磁颗粒材料的密度和量、热塑性聚合物的密度和热塑性聚合物网络结构的孔隙率而变化。一般来讲,密度越高,聚合物复合材料的磁性例如FFDM特性越大。

[0059] 在一些实施方案中,聚合物复合材料的密度在 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $6\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $5.5\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $6.0\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $5.5\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $5.0\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $6.0\text{g}/\text{cm}^3$ 之间、在 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $5.5\text{g}/\text{cm}^3$ 之间或甚至在 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $5.0\text{g}/\text{cm}^3$ 之间。

[0060] 聚合物复合材料的厚度(例如聚合物复合片材的厚度)不受特别限制。然而,对于许多应用,例如移动/手持式电子装置,期望聚合物复合材料的该厚度(例如聚合物复合片材的厚度)低于5000微米、低于3000微米或甚至低于1000微米并且高于20微米、40微米或甚至超过60微米。

[0061] 在一些实施方案中,聚合物复合材料的厚度(例如聚合物复合片材的厚度)在20微米至5000微米之间、在20微米至3000微米之间、在20微米至1000微米之间、在20微米至500微米之间、在20微米至300微米之间、在40微米至5000微米之间、在40微米至3000微米之间、在40微米至1000微米之间、在40微米至500微米之间、在40微米至300微米之间、在60微米至5000微米之间、在60微米至3000微米之间、在60微米至1000微米之间、在60微米至500微米之间或甚至在60微米至300微米之间。

[0062] 影响聚合物复合材料的磁性的聚合物复合材料的方面包括但不限于用于聚合物复合材料中的软铁磁颗粒材料的类型和量、颗粒形状(例如薄片)和颗粒的定向(如果其形状各向异性)。软铁磁颗粒薄片材料的第一主表面相对于聚合物复合片材的第一主表面的定向可导致聚合物复合片材的增强的磁性。

[0063] 所谓“定向”是指薄片的第一主表面与复合片材的第一主表面对齐。完美对齐即完美定向将为薄片的第一主表面平行于聚合物复合片材的第一主表面的情况,即薄片的第一主表面和聚合物复合材料的第一主表面之间的角度将为零度。

[0064] 在一些实施方案中,聚合物复合材料具有在600mT至1000mT之间、在600mT至900mT之间、在700mT至100mT之间或甚至在700mT至900mT之间的磁饱和感应。

[0065] 在电磁学中,材料在其自身内支持磁场的形成的能力称为磁导率 μ ,并且表示材料可响应于所施加的磁场而被磁化的程度。相对磁导率是材料的磁导率 μ 与自由空间(即真空)的磁导率 μ_0 的比率。自由空间的磁导率 μ_0 可被定义为 $1.257 \times 10^{-6}\text{H}/\text{m}$ 。

[0066] 在一些实施方案中,在1MHz的频率下,本公开的聚合物复合材料的相对磁导率 μ/μ_0 的量值可大于70、大于150或甚至大于500。在一些实施方案中,在50MHz至1000MHz的频率下的相对磁导率的量值大于70、大于150或甚至大于500。在一些实施方案中,在50MHz至300MHz的频率下的相对磁导率的量值大于70、大于150或甚至大于500。

[0067] 聚合物复合材料包含热塑性聚合物,其将被形成为热塑性聚合物网络结构。热塑

性聚合物不受具体限制。因此,在一些实施方案中,热塑性聚合物包括但不限于以下聚合物中的至少一者:聚氨酯、聚酯(例如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯和聚乳酸)、聚酰胺(例如尼龙6、尼龙6,6和多肽)、聚醚(聚环氧乙烷和聚环氧丙烷)、聚碳酸酯(双酚-A-聚碳酸酯)、聚酰亚胺、聚砜、聚苯醚、聚丙烯酸酯(例如由包含丙烯酸酯官能团的单体加成聚合形成的热塑性聚合物)、聚甲基丙烯酸酯(例如由包含甲基丙烯酸酯官能团的单体加成聚合形成的热塑性聚合物)、聚烯烃(聚乙烯和聚丙烯)、苯乙烯和苯乙烯基无规和嵌段共聚物、氯化聚合物(聚氯乙烯)、氟化聚合物(聚偏二氟乙烯;四氟乙烯、六氟丙烯和偏二氟乙烯的共聚物;乙烯和四氟乙烯的共聚物;和六氟丙烯;和聚四氟乙烯),以及乙烯和氯三氟乙烯的共聚物。

[0068] 热塑性聚合物可为均聚物和共聚物中的至少一者,例如嵌段共聚物或无规共聚物。在一些实施方案中,热塑性聚合物为两种或更多种热塑性聚合物类型的混合物,例如聚乙烯和聚丙烯的混合物或聚乙烯和聚丙烯酸酯的混合物。在一些实施方案中,聚合物可为聚乙烯(例如超高分子量聚乙烯)、聚丙烯(例如超高分子量聚丙烯)、聚乳酸、聚(乙烯共三氟氯乙烯)和聚偏二氟乙烯中的至少一者。在一些实施方案中,热塑性聚合物为单一热塑性聚合物,即它不是两种或更多种热塑性聚合物类型的混合物。

[0069] 热塑性聚合物的分子量没有特别限制,不同的是其必须具有足够高的分子量以允许从溶剂相分离,从而导致形成网络结构。一般来讲,这可能要求热塑性聚合物的数均分子量大于 5×10^4 g/mol。在一些实施方案中,热塑性聚合物的数均分子量可在 5×10^4 g/mol至 5×10^7 g/mol之间、在 5×10^4 g/mol至 1×10^7 g/mol之间、在 5×10^4 g/mol至 5×10^6 g/mol之间、在 1×10^5 g/mol至 1×10^7 g/mol之间、在 1×10^5 g/mol至 5×10^6 g/mol之间、在 1×10^6 g/mol至 1×10^7 g/mol之间、在 3×10^6 g/mol至 1×10^7 g/mol之间、在 5×10^6 g/mol至 1×10^7 g/mol之间、在 1×10^6 g/mol至 5×10^7 g/mol之间、在 3×10^6 g/mol至 5×10^7 g/mol之间、在 5×10^6 g/mol至 5×10^7 g/mol或甚至在 1×10^6 g/mol至 5×10^6 g/mol之间。

[0070] 具有超高分子量的热塑性聚合物可为尤其有用的。在一些实施方案中,超高分子量被定义为具有至少 3×10^6 g/mol的数均分子量的热塑性聚合物。数均分子量可通过本领域的已知技术测量,包括但不限于凝胶渗透色谱法(GPC)。GPC可在用于热塑性聚合物的良好溶剂中进行,连同使用窄分子量分布聚合物标准,例如窄分子量分布聚苯乙烯标准。

[0071] 热塑性聚合物通常表征为部分结晶的,表现出熔点。在一些实施方案中,热塑性聚合物具有在 120°C 至 350°C 之间、在 120°C 至 300°C 之间、在 120°C 至 250°C 之间或甚至在 120°C 至 200°C 之间的熔点。热塑性聚合物的熔点可通过在本领域中已知的技术测量,包括但不限于,在用5mg至10mg样品在样品处于氮气氛下在 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的加热扫描速率下进行的差示扫描量热法(DSC)中测量的设定温度。

[0072] 聚合物复合材料的热塑性聚合物通过这样的方法被形成为热塑性聚合物网络结构,该方法包括将热塑性聚合物和合适的溶剂混合以形成可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液,随后使热塑性聚合物从溶剂相分离,并且然后去除溶剂的至少一部分。该方法通常在相分离之前,在可混溶的聚合物溶剂溶液中添加软铁磁颗粒材料的情况下进行。热塑性聚合物网络结构可在该方法的相分离步骤期间形成。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构通过引致可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液的相分离来制备。

[0073] 热塑性聚合物网络结构固有地包括孔隙率即孔。孔隙率可为连续的,使得能够实

现从热塑性聚合物网络结构的内部区域到热塑性聚合物网络结构的表面和/或在热塑性聚合物网络结构的第一表面和热塑性聚合物网络结构的相对的第二表面之间的流体连通。

[0074] 热塑性聚合物网络结构的孔径没有特别限制。在一些实施方案中,孔径在微米尺度上,即在约1微米和1000微米之间。在一些实施方案中,孔径在纳米尺度上,即在约10纳米和1000纳米之间。

[0075] 在一些实施方案中,热塑性聚合物的平均孔径或中值孔径P在10纳米至1000微米之间、在10纳米至500微米之间、在10纳米至250微米之间、在10纳米至100微米之间、在10纳米至50微米之间、在10纳米至25微米之间、在100纳米至1000微米之间、在50纳米至1000微米之间、在50纳米至500微米之间、在50纳米至250微米之间、在50纳米至100微米之间、在50纳米至50微米之间、在50纳米至25微米之间、在100纳米至1000微米之间、在100纳米至500微米之间、在100纳米至250微米之间、在100纳米至100微米之间、在100纳米至50微米之间、在100纳米至25微米之间、在250纳米至1000微米之间、在250纳米至500微米之间、在250纳米至250微米之间、在250纳米至100微米之间、在250纳米至50微米之间或者甚至在250纳米至25微米之间。

[0076] 可使用常规孔径分析技术(包括横截面的成像(例如,光学显微镜、扫描电子显微镜或原子力显微镜)以及使用适当的软件(例如ImageJ软件(可在例如<http://imagej.net>上在线获得的开源软件))分析图像)统计分析孔尺寸和孔径分布。X射线显微断层摄影术和水银孔率法、泡点和毛细管流动孔隙率测定法也可用于分析孔径和/或孔径分布。

[0077] 热塑性聚合物网络结构的孔隙率的连续性质可有利于从热塑性聚合物网络结构中去除溶剂。在本公开中,术语“热塑性聚合物网络结构”固有地意指热塑性聚合物网络结构的孔隙率的至少一部分不含液体和固体,例如包含一种或多种气体,诸如空气。在一些实施方案中,热塑性聚合物网络结构的孔隙率的10体积%至100体积%之间、30体积%至100体积%、50体积%至100体积%之间、60体积%至100体积%之间、70体积%至100体积%之间、80体积%至100体积%、90体积%至100体积%之间、95体积%至100体积%之间、或甚至98体积%至100体积%之间不含液体和固体,例如包含一种或多种气体,诸如空气。

[0078] 为了形成可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液,需要溶剂以溶解热塑性聚合物。因此,基于该需求而选择特定的热塑性聚合物的溶剂。热塑性聚合物溶剂混合物可被加热以有利于热塑性聚合物在溶剂中的溶解。在热塑性聚合物已从溶剂相分离之后,使用本领域已知的技术将溶剂的至少一部分从热塑性聚合物网络结构中去除,包括蒸发溶剂或通过较低蒸汽压的第二溶剂萃取溶剂,然后蒸发第二溶剂。

[0079] 在一些实施方案中,将溶剂和第二溶剂(如果使用的话)的至少10重量%至100重量%、至少30重量%至100重量%、至少50重量%至100重量%、至少60重量%至100重量%、至少70重量%至100重量%、至少80重量%至100重量%、至少90重量%至100重量%、至少95重量%至100重量%或甚至至少98重量%至100重量%从热塑性聚合物网络结构中移除。

[0080] 本公开的聚合物复合材料包含软铁磁颗粒材料。描述铁磁颗粒材料时的术语“软”在本领域中具有其常规的含义,并且涉及非磁性材料在放置于磁场(例如弱磁场)内时变得磁性的能力。当去除磁场时,软铁磁颗粒材料的感应磁性将基本上消失,即材料在所施加的磁场中表现出可逆磁性。

[0081] 在一些实施方案中,软磁颗粒材料的矫顽力在1A/m至1000A/m之间、在10A/m至

1000A/m之间或甚至在30A/m至1000A/m之间。在一些实施方案中,软磁颗粒材料的矫顽力小于或等于1000A/m。软铁磁材料可具有窄的滞回线,即低的矫顽场值 H_c 、高磁饱和电感、高磁导率,并且对于高频应用,理想地具有低电导率以最小化涡流功率损失。

[0082] 在一些实施方案中,软铁磁颗粒材料可包括铁中的至少一者,包括但不限于Fe-Cr合金、Fe-Si合金(包括但不限于以商品名SENDUST从中国天津的天津Ecotech贸易有限公司(Tianjin Ecotech Trade Co.,Ltd.,Tianjin,China)商购获得的Fe-Si-Al,以及Fe-Si-Cr)、FeCoB、Fe基无定形合金、纳米结晶Fe基氧化物,以及纳米结晶Fe基氮化物;镍基合金,包括但不限于Ni-Fe合金和Ni-Si合金;CoNbZr;以及硼基无定形合金。

[0083] 软铁磁颗粒材料的形状没有具体限制,然而,薄片形状的颗粒可能是尤其有益的。薄片可被认为是不规则形状的板状结构,其具有第一主表面和第二主表面和基本上垂直于第一主表面和第二主表面中的至少一者的厚度。在一些实施方案中,软铁磁材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于薄片的第一主表面的最大厚度 T 。

[0084] 软铁磁颗粒薄片材料的薄片可通过中值直径 D_{50} (其涉及长度尺寸 L)和最大厚度 T 来表征。在一些实施方案中,软铁磁颗粒材料可为各向异性的软铁磁颗粒材料。各向异性的软铁磁颗粒的纵横比可被定义为如例如粒径分析确定的中值直径 D_{50} 除以如例如图像分析确定的各向异性颗粒的最大厚度。

[0085] 对于一组特定的软铁磁颗粒材料,最大厚度的值可被视为中值 T_m 。比率 D_{50}/T_m 为中值纵横比。在一些实施方案中,中值纵横比 D_{50}/T_m 在5/1至1000/1之间、在10/1至1000/1之间、在20/1至1000/1之间、在5/1和至500/1之间、在10/1至500/1之间、在20/1至500/1之间、在5/1至200/1之间、在10/1至200/1之间或甚至在20/1至200/1之间。

[0086] 在一些实施方案中,如在聚合物复合材料的横截面图像中观察和测量的薄片的图像长度 L_i 可被视为薄片的长度,并且薄片的图像厚度 T_i 可被视为如在聚合物复合材料的横截面图像中观察和测量的薄片的最大厚度。图像可为光学显微图像或SEM,例如。对于一组特定的软铁磁颗粒薄片材料,可以使用标准的统计分析方法,将 L_i 和 T_i 的值视为薄片的子集的平均值 L_{ia} (平均图像长度)和 T_{ia} (平均图像厚度)。在一些实施方案中, L_{ia}/T_{ia} 在5/1和1000/1之间、在10/1和1000/1之间、在20/1和1000/1之间、在5/1和500/1之间、在10/1和500/1之间、在20/1和500/1之间、在5/1和200/1之间、在10/1和200/1之间或甚至在20/1和200/1之间。

[0087] 在一些实施方案中, D_{50} 在5微米至5000微米之间、在5微米至1000微米之间、在5微米至500微米之间、在5微米至200微米之间、在10微米至5000微米之间、在10微米至1000微米之间、在10微米至500微米之间、在10微米至200微米之间、在25微米至5000微米之间、在25微米至1000微米之间、在25微米至500微米之间或甚至在25微米至200微米之间。

[0088] 在一些实施方案中,软铁磁颗粒薄片材料的薄片具有中值直径 D_{50} ,并且热塑性聚合物网络结构具有平均孔径 P ,并且 $D_{50} > 2P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在25微米至5000微米之间, P 在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 2P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在10微米至5000微米之间, P 在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 2P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在25微米至5000微米之间, P 在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 4P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在10微米至5000微米之间, P 在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 4P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在25微米至5000微米之间, P 在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 6P$ 。在一些实施方案中, D_{50} 在10微米至5000微米

之间,P在50纳米至25微米之间,并且 $D_{50} > 6P$ 。

[0089] 本发明内容还提供了一种制备具有第一主表面的聚合物复合片材的方法,该方法包括(i)提供具有在 $5 \times 10^4 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量的热塑性聚合物、该热塑性聚合物可溶于其中的溶剂以及软铁磁颗粒材料,(ii)将热塑性聚合物、溶剂和软铁磁颗粒材料混合以形成包含软铁磁颗粒材料的可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液,(iii)将包含软铁磁颗粒的热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材,(iv)引致热塑性聚合物从溶剂相分离,以及(v)去除溶剂的至少一部分,从而形成具有热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料的聚合物复合片材,其中基于聚合物复合片材的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数为0.80和0.98。

[0090] 选择溶剂使得其能够溶解热塑性聚合物并在指定温度下形成可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液。将溶液加热至升高的温度可有利于热塑性聚合物的溶解。

[0091] 在一些实施方案中,混合步骤在 20°C 至 300°C 之间、在 20°C 至 250°C 之间、在 20°C 至 200°C 之间、在 20°C 至 150°C 之间、在 40°C 至 300°C 之间、在 40°C 至 250°C 之间、在 40°C 至 200°C 之间、在 40°C 至 150°C 之间、在 60°C 至 200°C 之间或甚至在 60°C 至 150°C 之间的温度下进行。

[0092] 可在混合步骤开始时、在热塑性聚合物溶解之前、在热塑性聚合物溶解之后或在其间的任何时间添加软铁磁颗粒材料。可为有利的是,在聚合物完全溶解并且已形成可混溶热塑性聚合物溶剂溶液之后,添加软铁磁颗粒材料,以便最小化软铁磁颗粒材料暴露于的剪切力的量,因为剪切力可导致软铁磁颗粒材料大小分布的变化。

[0093] 溶剂(例如第一溶剂)没有具体限制,不同的是必须选择溶剂使得其形成可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液。溶剂可以是两种或更多种独立的溶剂的共混物。在一些实施方案中,当热塑性聚合物为聚烯烃(例如聚乙烯和聚丙烯中的至少一者)时,溶剂可选自以下项中的至少一者:矿物油、萘满、萘烷、1,2-二氯苯、环己烷甲苯混合物、十二烷、石蜡油、煤油、对二甲苯/环己烷混合物(1/1重量/重量)、茨烯、1,2,4-三氯苯、辛烷、橙油、植物油、蓖麻油和棕榈仁油。在一些实施方案中,当热塑性聚合物为聚偏二氟乙烯时,溶剂可为碳酸亚乙酯、碳酸亚丙酯和1,2,3-三乙酰氧基丙烷中的至少一者。

[0094] 溶剂可通过蒸发去除,高蒸气压溶剂尤其适于这种去除方法。然而,如果第一溶剂具有低蒸气压,则可使用具有高蒸气压的第二溶剂萃取第一溶剂,然后蒸发第二溶剂。例如,在一些实施方案中,当矿物油用作第一溶剂时,处于升高的温度(例如约 60°C)的异丙醇或甲基九氟丁基醚($\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$)、乙基九氟丁基($\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$)和反式-1,2-二氯乙烯(可以商品名NOVEC 72DE得自明尼苏达州圣保罗市的3M公司(3M Company, St. Paul, Minnesota))的共混物可用作萃取第一溶剂的第二溶剂,然后蒸发第二溶剂。

[0095] 在一些实施方案中,当将植物油或棕榈仁油中的至少一者用作第一溶剂时,可将处于升高的温度(例如约 60°C)的异丙醇用作第二溶剂。在一些实施方案中,当碳酸亚乙酯用作第一溶剂时,水可用作第二溶剂。

[0096] 在将热塑性聚合物、溶剂和软铁磁颗粒材料混合以形成包含软铁磁颗粒材料的可混溶热塑性聚合物溶剂溶液之后,将包含软铁磁颗粒材料的可混溶热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材。

[0097] 将包含软铁磁颗粒的热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材通常在引致相分离步骤之前进行。形成为片材步骤可在本领域中已知的技术进行,包括但不限于刮涂、辊涂(例如

通过限定辊隙的辊涂)和挤出(例如通过模具的共挤出,例如通过具有适当的片材尺寸即模具间隙的宽度和厚度的模具的挤出)。在一个实施方案中,包含软铁磁颗粒材料的可混溶的热塑性聚合物溶剂溶液具有糊状稠度并且通过挤出(例如通过具有适当的模具尺寸即模具间隙的宽度和厚度的挤出)被形成为片材。

[0098] 在将包含软铁磁颗粒的热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材之后,然后使热塑性聚合物相分离。通过引致热塑性聚合物的相分离来进行相分离。可使用若干技术来引致相分离,包括但不限于热致相分离和溶剂致相分离中的至少一者。

[0099] 在一些实施方案中,引致相分离步骤中包括热致相分离和溶剂致相分离的至少一者。当进行引致相分离的温度低于热塑性聚合物、溶剂和软铁磁颗粒材料的混合步骤的混合温度时,可发生热致相分离。如果混合步骤在接近室温进行,这可通过冷却包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液,或通过首先将包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液加热至升高的温度(在混合期间或在混合之后),随后降低包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液的温度,从而引致热塑性聚合物的相分离来实现。在这两种情况下冷却步骤将导致热塑性聚合物从溶剂相分离。

[0100] 可通过将对于热塑性聚合物而言为不良溶剂的第二溶剂添加至包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液来进行溶剂致相分离,或者可通过去除包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液的溶剂的至少一部分,例如蒸发包含软铁磁颗粒材料的可混溶聚合物溶剂溶液的溶剂的至少一部分,从而引致热塑性聚合物的相分离,来实现溶剂致相分离。

[0101] 可采用相分离技术例如热致相分离和溶剂致相分离的组合。热致相分离可为有利的,因为当在升高的温度下进行混合步骤时,其还有利于热塑性聚合物的溶解。

[0102] 在一些实施方案中,引致相分离步骤在低于混合步骤温度的5°C至300°C之间、在低于混合步骤温度的5°C至250°C之间、在低于混合步骤温度的5°C至200°C之间、在低于混合步骤温度的5°C至150°C之间、在低于混合步骤温度的15°C至300°C之间、在低于混合步骤温度的15°C至250°C之间、在低于混合步骤温度的15°C至200°C之间、在低于混合步骤温度的15°C至130°C之间或甚至在低于混合步骤温度的25°C至110°C之间的温度下进行。

[0103] 在引致相分离之后,从聚合物复合材料中去除溶剂的至少一部分,从而形成聚合物复合片材,该聚合物复合片材具有热塑性聚合物网络结构和分布在热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于聚合物复合片材的总重量,软铁磁颗粒材料的重量分数为0.80和0.98。

[0104] 溶剂可通过蒸发去除,高蒸气压溶剂尤其适于这种去除方法。然而,如果第一溶剂具有低蒸气压,则可使用具有高蒸气压的第二溶剂萃取第一溶剂,然后蒸发第二溶剂。在一些实施方案中,从热塑性聚合物网络结构中去除溶剂的至少10重量%至100重量%、至少30重量%至100重量%、至少50重量%至100重量%、至少60重量%至100重量%、至少70重量%至100重量%、至少80重量%至100重量%、至少90重量%至100重量%、至少95重量%至100重量%或甚至至少98重量%至100重量%。

[0105] 在引致相分离之后或在去除溶剂的至少一部分步骤之后,可塌缩所形成的热塑性聚合物网络结构以便使聚合物复合材料致密化。这可通过向聚合物复合材料例如聚合物复合片材施加压缩力和张力中的至少一者来实现。在一些实施方案中,制备聚合物复合材料

的方法还包括在移除溶剂步骤之后施加压缩力和张力中的至少一者,从而使聚合物复合片材致密化。

[0106] 压缩力和张力中的至少一者可通过本领域已知的技术来施加。例如,压缩力可通过促使聚合物复合材料例如聚合物复合片材通过一对轧辊的辊隙(例如压延)来实现,该辊具有设置小于聚合物复合材料的厚度的间隙。与不具有热塑性聚合物网络结构的常规复合材料不同,聚合物复合材料的最终密度可根据热塑性聚合物网络结构的塌缩程度(例如,在先前的压缩力示例中相对于聚合物复合材料厚度的辊隙厚度)来控制。

[0107] 在另一个示例中,可经由拉幅方法向聚合物复合材料例如聚合物复合片材施加张力。与不具有热塑性聚合物网络结构的常规复合材料不同,聚合物复合材料的最终密度可根据热塑性网络结构塌缩的程度(例如在先前的张力示例中的拉幅方法中聚合物复合片材的拉伸量)来控制。

[0108] 当使用各向异性软铁磁颗粒材料时,用于制造聚合物复合材料例如聚合物复合片材和/或使聚合物复合材料塌缩以使聚合物复合材料致密化的方法也可对软铁磁颗粒材料例如软铁磁颗粒薄片材料进行定向。当聚合物复合材料为具有第一主表面的聚合物复合片材的形式时,制备聚合物复合材料的方法还可包括将各向异性软铁磁颗粒材料定向为使得各向异性软铁磁颗粒材料的最大长度尺寸被定向为在聚合物复合片材的相邻第一主表面的至少25度内、至少20度内、至少15度内或甚至至少10度内。

[0109] 在一些实施方案中,各向异性软铁磁颗粒材料的最大长度尺寸可被定向在用于制造聚合物复合片材的方法的纵向上。当聚合物复合材料为具有第一主表面的聚合物复合片材的形式并且软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料时,每个薄片均具有第一主表面,制备聚合物复合材料的方法还可包括将软铁磁颗粒薄片材料定向为使得薄片的第一主表面的大部分被定向为在聚合物复合片材的相邻第一主表面的至少25度内、至少20度内、至少15度内或甚至至少10度内。在一些实施方案中,软磁颗粒薄片材料的第一主表面可被定向在用于制造聚合物复合片材的方法的纵向上。

[0110] 示例性实施方案列表

[0111] 本公开的所选实施方案包括但不限于以下:

[0112] 在第一实施方案中,本公开提供一种聚合物复合材料,所述聚合物复合材料包括:

[0113] 热塑性聚合物网络结构;以及

[0114] 分布在所述热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中基于所述聚合物复合材料的总重量,所述软铁磁颗粒材料的重量分数在0.80和0.98之间,并且所述热塑性聚合物具有在 $5 \times 10^4 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。

[0115] 在第二实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物具有在 $1 \times 10^5 \text{g/mol}$ 至 $1 \times 10^7 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。

[0116] 在第三实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物具有在 $1 \times 10^6 \text{g/mol}$ 至 $5 \times 10^6 \text{g/mol}$ 之间的数均分子量。

[0117] 在第四实施方案中,本发明提供一种根据所述第一实施方案至所述第三实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物网络结构发生塑性变形。

[0118] 在第五实施方案中,本公开提供一种根据所述第四实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物网络结构通过压缩力和张力中的至少一者发生塑性变形。

[0119] 在第六实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第五实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中基于所述聚合物复合材料的总重量,所述软铁磁颗粒材料的重量分数在0.85和0.97之间。

[0120] 在第七实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第六实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中基于所述聚合物复合材料的总重量,所述软铁磁颗粒材料的重量分数在0.90和0.96之间。

[0121] 在第八实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第七实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述聚合物复合材料的密度为 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 和 $6\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0122] 在第九实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第八实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述聚合物复合材料的密度在 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 和 $5.5\text{g}/\text{cm}^3$ 之间。

[0123] 在第十实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第九实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒材料为软铁磁性颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于所述薄片的所述第一主表面的厚度。

[0124] 在第十一实施方案中,本公开提供一种根据所述第十实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒薄片材料的所述薄片具有中值直径 D_{50} 和中值最大厚度 T_m ,并且所述中值纵横比 D_{50}/T_m 在 $5/1$ 至 $1000/1$ 之间。

[0125] 在第十二实施方案中,本公开提供一种根据所述第十实施方案或所述第十一实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒薄片材料的所述薄片具有中值直径 D_{50} ,并且所述热塑性聚合物、网络结构具有中值孔径 P .并且 $D_{50} > 2P$ 。

[0126] 在第十三实施方案中,本公开提供一种根据所述第十二实施方案所述的聚合物复合材料,其中 D_{50} 在25微米至5000微米之间,并且 P 在50纳米至25微米之间,

[0127] 在第十四实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十三实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒材料为Fe-Cr合金、Fe-Si合金、FeCoB、Fe基无定形合金、纳米结晶Fe基氧化物,和纳米结晶Fe基氮化物、镍基合金、CoNbZr和硼基无定形合金中的至少一者。

[0128] 在第十五实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十四实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物包含聚氨酯、聚酯、聚酰胺、聚醚、聚碳酸酯、聚酰亚胺、聚砜、聚苯醚、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚烯烃、苯乙烯和苯乙烯基无规和嵌段共聚物、氯化聚合物、氟化聚合物,以及乙烯和氯三氟乙烯的共聚物中的至少一者。

[0129] 在第十六实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十五实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物具有从 80°C 至 350°C 的至少一个熔点。

[0130] 在第十七实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十六实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物具有在 120°C 至 300°C 之间的至少一个熔点。

[0131] 在第十八实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十七实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述聚合物复合材料为具有第一主表面和在20

微米和5000微米之间的厚度的片材的形式。

[0132] 在第十九实施方案中,本公开提供一种根据所述第十八实施方案所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于所述薄片的第一主表面的厚度,其中所述薄片的所述第一主表面的大部分被定向为在所述聚合物复合片材的所述相邻第一主表面的至少25度内。

[0133] 在第二十实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第十九实施例中任一项所述的聚合物复合材料,其中当所述聚合物复合材料为具有在20微米至300微米之间的厚度的片材的形式时,所述聚合物复合材料能够弯曲以形成10mm的曲率半径。

[0134] 在第二十一实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十二实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述软铁磁材料的矫顽力小于或等于1000A/m,任选地其中所述软铁磁材料的矫顽力在1A/m至1000A/m之间。

[0135] 在第二十二实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十一实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中磁饱和感应在600mT至1000mT之间。

[0136] 在第二十三实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十二实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中相对磁导率的量值在1MHz下大于70。

[0137] 在第二十四实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十三实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物网络结构通过任选地引致可混溶热塑性聚合物溶剂溶液的相分离制备,其中所述引致的相分离为热致相分离和溶剂致相分离中的至少一者。

[0138] 在第二十五实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十四实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中所述热塑性聚合物网络结构的孔隙率的10重量%至100重量%之间不含液体和固体。

[0139] 在第二十六实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十五实施方案中任一项所述的聚合物复合材料,其中基于所述聚合物复合材料的总体积,软铁磁颗粒材料的体积分数在0.10和0.75之间。

[0140] 在第二十七实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十六实施方案中任一项所述的聚合物复合材料网络结构的所述孔隙率的10体积%至100体积%之间、30体积%至100体积%之间、50体积%至100体积%之间、60体积%至100体积%之间、70体积%至100体积%之间、80体积%至100体积%之间、90体积%至100体积%之间、95体积%至100体积%之间、或甚至98体积%至100体积%之间不含液体和固体。

[0141] 在第二十八实施方案中,本公开提供一种制备具有第一主表面的聚合物复合片材的方法,所述方法包括:

[0142] 提供具有在 5×10^4 g/mol至 5×10^7 g/mol之间的数均分子量的热塑性聚合物、所述热塑性聚合物可溶于其中的溶剂和软铁磁颗粒材料;

[0143] 混合所述热塑性聚合物、所述溶剂和所述软铁磁颗粒材料以形成包含所述软铁磁颗粒材料的可混溶热塑性聚合物溶剂溶液;

[0144] 将包含所述软铁磁颗粒的所述热塑性聚合物溶剂溶液形成为片材;

[0145] 引致所述热塑性聚合物与所述溶剂相分离;以及

[0146] 去除所述溶剂的至少一部分,从而形成聚合物复合片材,所述聚合物复合片材具

有热塑性聚合物网络结构和分布在所述热塑性聚合物网络结构内的软铁磁颗粒材料,其中所述软铁磁颗粒材料的重量分数基于所述聚合物复合片材的总重量为0.80和0.98。

[0147] 在第二十九实施方案中,本公开提供了一种制备根据所述第二十八实施方案所述的聚合物复合片材的方法,其中所述引致相分离步骤包括热致相分离和溶剂致相分离中的至少一者。

[0148] 在第三十实施方案中,本公开提供一种制备根据所述第二十八实施方案或所述第二十九实施方案所述的聚合物复合片材的方法,其中所述混合步骤在20°C至300°C之间的温度下进行。

[0149] 在第三十一实施方案中,本公开提供一种制备根据所述第二十八实施方案至所述第三十实施方案中任一项所述的聚合物复合片材的方法,其中所述引致相分离步骤在低于所述混合步骤温度的5°C至300°C之间的温度下进行。

[0150] 在第三十二实施方案中,本公开提供了一种制备根据所述第二十八实施方案至所述第三十一实施方案中任一项所述的聚合物复合片材的方法,其中所述形成步骤通过挤出、辊涂和刮涂中的至少一者进行。

[0151] 在第三十三实施方案中,本公开提供一种制备根据所述第二十八实施方案至所述第三十二实施方案中任一项所述的聚合物复合片材的方法,所述方法还包括在所述引致相分离步骤之后或在所述去除所述溶剂步骤之后施加压缩力和张力中的至少一者,从而使所述聚合物复合片材致密化。

[0152] 在第三十四实施方案中,本公开提供一种制备根据所述第二十八实施方案至所述第三十三实施方案中任一项所述的聚合物复合片材的方法,其中所述软铁磁颗粒材料为软铁磁颗粒薄片材料,每个薄片具有第一主表面和垂直于所述薄片的所述第一主表面的厚度。

[0153] 在第三十五实施方案中,本公开提供一种制备根据所述第三十四实施方案所述的聚合物复合片材的方法,所述方法还包括将所述软铁磁颗粒薄片材料定向为使得所述薄片的所述第一主表面的大部分被定向在所述聚合物复合片材的所述相邻第一主表面的至少25度内。

[0154] 在第三十六实施方案中,本公开提供一种根据所述第一实施方案至所述第二十七实施方案所述的聚合物复合片材,其中所述颗粒分数大于52体积%,并且其中所述聚合物复合片材的矫顽磁力不大于240A/m。

[0155] 在第三十七实施方案中,本公开提供一种根据所述第三十六实施方案所述的聚合物复合片材,其中所述聚合物复合片材的所述矫顽磁力不大于200A/m。

[0156] 在第三十八实施方案中,本公开提供了一种制备根据所述第三十三实施方案所述的聚合物复合片材的方法,所述方法还包括在施加压缩力的同时将振动能量施加到所述聚合物复合片材。

[0157] 本公开的示例性实施方案的操作将参照以下详述实施例进一步描述。提供这些实施例以另外说明各种具体和优选的实施方案和技术。然而,应当理解,可做出许多变型和修改而仍落在本公开的范围內。

[0158] 实施例

[0159] 制备、使其致密化并测试包含热塑性聚合物网络结构和软铁磁颗粒材料的聚合物

复合材料。评估尺寸特性和电磁特性以及如以下示例中所示的无线功率传输效率。这些实施例仅为了进行示意性的说明,并非意在限制所附权利要求书的范围。除非另外指明,否则实施例以及说明书的余下部分中的所有份数、百分数、比率等均按重量计。

[0160] 尽管示出本公开的广义范围的数值范围和参数为近似值,但尽可能精确地记录具体示例中示出的数值。然而,任何数值都固有地包含某些误差,在它们各自的测试测量中所存在的标准偏差必然会引起这种误差。最低程度上说,并且在不试图将等同原则的应用限制到权利要求书的范围内的前提下,每个数值参数应当至少根据所报告的数值的有效数位并通过应用惯常的四舍五入法来解释。

[0161] 材料

[0162] 除非另有说明,否则实施例及本说明书的其余部分中的所有份数、百分比、比等均以重量计。除非另有说明,否则所用的溶剂和其它试剂可得自威斯康星州密尔沃基的西格玛奥德里奇化学公司(Sigma-Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI))。另外,表1提供了下面的实施例中使用的所有材料的缩写和来源:

[0163] 表1:材料

材料缩写	说明
CE-1	比较实施例 1, 以商品名 3 M FLUX FIELD DIRECTIONAL MATERIAL EM15TP-010 得自明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司的软磁复合材料。
MP1	铁硅铝磁合金颗粒, 以商品名 MATE-SP3B 购自日本冈山市的 Mate 公司(Mate Company, Okayama, Japan)。
[0164] PE	超高分子量聚乙烯(UHMWPE), 以商品名 GUR 2126 得自得克萨州欧文市的塞拉尼斯公司(Celanese Corp., Irving, TX)。
MO	白色矿物油, 以商品名 KAYDOL WHITE MINERAL OIL 得自新泽西州帕西潘尼市的索内博尔恩公司(Sonneborn, Inc., Parsippany, New Jersey)。
ES	可从明尼苏达州圣保罗的 3M 公司以商品名 3M NOVEC 72DE ENGINEERED FLUID 商购的含氟化合物。

[0165] 测试方法

[0166] 以下测试方法用于评估本公开的一些实施例。

[0167] 密度测量测试方法

[0168] 将干燥聚合物复合材料切割成大约8cm×20cm的条带。遵循ASTM F-1315(原始:1990,重新批准:2014年3月1日)标准,从一个大条带切割三片,每片约6cm×7cm以进行密度测量。通过用具有已知长度和宽度的模具切割样品来计算样品的面积。使用TMI型号49-70精密测微计(可得自德国新堡的测试机器公司(Testing Machines, Inc. New Castle, DE))测量膜的厚度。根据聚合物复合材料的面积和厚度,计算体积。最后,通过使用分析天平来测量膜的质量。根据所测量的质量和体积,计算密度。

[0169] 利用组分的已知密度(PE密度=0.94g/cm³,MP1密度=6.9g/cm³)和实际组成(PE=5wt%并且MP1=95wt%),计算出不含空隙(孔隙率)的复合材料的理论密度。使用理论密度和测量的密度,百分比空隙率被计算为:

[0170] 百分比空隙率=[1-(测得的密度/理论密度)]×100

[0171] 根据计算的空隙率,基于体积计算百分比MP1负载,如下所示:

[0172] 百分比MP1负载 = $[(M_p/\rho_p) / (M_p/\rho_p + M_e/\rho_e)] \times (1 - \text{空隙率}) \times 100$

[0173] 其中 M_p 和 M_e 分别为复合材料中MP1和PE的质量分数。相似地， ρ_p 和 ρ_e 分别为MP1和PE的密度。

[0174] 电磁测试方法

[0175] I. 静态磁性：

[0176] 在进行磁性测量之前，将聚合物复合样品切割成6mm的盘。使用湖岸低温电子公司（俄亥俄州维斯特维尔市）（Lake Shore Cryotronics (Westerville, Ohio)）振动样品磁度计7400-S来记录磁滞回线（M-H曲线）。将磁化场H施加在样品的平面中。磁场跨度被设定为 $H = \pm 4kOe$ ，并且饱和磁化 M_s 在完全饱和（ $|H| = 4kOe$ ）时测量。磁化场H以0.140e的步长测量，矫顽场 H_c 经由基于M-H曲线上与 $M=0$ 相邻的6个点的线性拟合定义在 $M=0$ 附近。

[0177] II. 动态磁性：

[0178] 将聚合物复合材料样品切割成外径为18mm且内径为5mm的圆环。使用Keysight科技公司（加利福尼亚州的圣克拉拉市）（Keysight Technologies (Santa Clara, California)）的磁性测试夹具16454A和阻抗计E4990A测量相对磁导率 μ_r 的实部和虚部。根据16454A的Keysight手册分析数据。

[0179] III. DC电气特性：

[0180] 将聚合物复合材料样本切割成用于平面外测量的18mm盘和用于平面内测量的 $\sim 50mm \times 20mm$ 条带。使用2400Keithley仪器公司（俄亥俄州克利夫兰市）（2400Keithley Instruments (Cleveland, OH)）的源计测量平面内和平面外的DC电阻率。将电流限值设置为150nA。电阻率 ρ 使用以下公式计算： $R = \rho l/S$ ，其中R为测量的电阻，l为电流在样品中行进的距離，并且S为电流路径的横截面积。

[0181] IV. AC电特性：

[0182] 使用微条带线测量平面内电阻率，其中聚合物复合材料样品为 $3mm \times 4mm$ 条带。在0.3MHz-20MHz频率范围内进行测试。将外部磁场 $H = 1.6kOe$ 施加到样品的平面中，以磁力饱和和样品并使感应效应最小化。使用Rohde&Schwarz（德国慕尼黑（Munich, Germany））矢量网络分析仪ZNB 20测量样品的电阻。使用Keysight科技公司（加利福尼亚州的圣克拉拉市）（Keysight Technologies (Santa Clara, California)）的磁性测试夹具16453A和阻抗计E4990A使用6mm直径的样品盘测量出平面外电阻率。对于平面内和平面外电阻率的测量二者均使用 $R = \rho l/S$ 来计算电阻率，其中R为测量的电阻，l为电流在样品中行进的距離，并且S为电流路径的横截面积。

[0183] 无线功率传输效率测试方法

[0184] 根据Qi标准、无线功率联盟（WPC）1.1规范，通过测量5瓦处的总无线功率传输系统效率（相对于线圈对线圈功率传输效率）来评估聚合物复合材料对浓缩物和再直接磁通量的有效性。对于这些测量，使用聚合物复合材料 $32mm \times 48mm$ 的样本。

[0185] 使用符合Qi标准的5瓦无线功率充电设计套件（沃思电子仪器公司（德国伍尔特基团电子仪器有限公司）/德克萨斯仪器公司（德克萨斯州达拉斯）（Würth Elektronik GmbH&Co. KG, Germany）/Texas Instruments (Dallas, TX) 型号：760308）定制测试系统。该设计套件包括发射器线圈（沃思电子仪器公司，型号：760308111）和接收器线圈（沃思电子仪器公司，型号：760308103202）。设备的配置如下：发射器线圈隔离器（铁氧

体片材3mm×52mm×52mm)、放置在隔离器的顶部上的发射器线圈、放置在发射器线圈的顶部上的2.4mm厚x 70mmx 70mm的丙烯酸类片材、与发射器线圈垂直对齐的放置在丙烯酸类片材的顶部上的接收器线圈、放置在接收器线圈的顶部上的聚合物复合材料样品,并且约1mm厚x 32mm×48mm不锈钢板(模拟电池壳体)被放置在聚合物复合材料样品的顶部上。

[0186] 接收器线圈由以恒定电压模式设定为5.0V的Agilent公司(加利福尼亚州圣克拉拉)(Agilent(Santa Clara,CA))的DC电源E3645A驱动。使用以恒定电流模式运行的BK精度公司(加利福尼亚州约巴林达)(BK PrecisionCorp.(Yorba Linda,California))的DC电子负载8600监测所接收的功率。为了量化磁性复合材料在集中和引导磁性感应中的有效性,将样品放置在接收器线圈的顶部上,并且将大约1mm厚的×32mm×48mm不锈钢板(模拟电池壳体)放置在聚合物复合材料样品上。无线功率传输效率通过测得的输入和输出电流和电压来计算,其中输出电流被设定为0.6Amp:

$$[0187] \quad \text{WPT 效率(\%)} = \frac{(\text{输出电压})(\text{输出电流})}{(\text{输入电压})(\text{输入电流})} \times 100$$

[0188] 实施例制备

[0189] 实施例1(Ex.1) 聚合物复合膜

[0190] 单独称量MP1颗粒和PE以得到95:5的总MP1比PE重量比。然后将单独组分分配到兰开斯特混合物(宾夕法尼亚州黎巴嫩的K实验室、Kercher工业公司(K-Lab,Kercher Industries,Inc.,Lebanon,PA))的混合钵中。均通过使混合钵和轴以50%设置旋转来将粉末干混在一起45分钟。45分钟后,称重矿物油(MO)以得到63:37的固体(PE+MP1)比矿物油的重量比。

[0191] 在粉末混合的同时,通过顶部上的多孔口缓慢分配矿物油。一旦分配所有矿物油,就将共混物再混合45分钟以得到稠密的糊状稠度。然后将共混物舀入5加仑(约19.5升)桶中。

[0192] 使用具有流动控制板的桶加载器泵(明尼苏达州明尼阿波利斯的X20Graco公司(X20Graco Inc.Minneapolis,MN)),将共混物在~204°C下馈送到双螺杆挤出机(德国Berstorff的25mm共旋转双螺杆挤出机)的开放圆筒区域#2中,该双螺杆挤出机在177°C下连接到8英寸(20.3cm)的落模(美国威斯康辛州契皮瓦佛斯的诺森挤出模具工业公司(Nordson Extrusion Die Industries,Chippewa Falls,WI USA))中。

[0193] 将来自模具的热膜在40°C的平滑浇铸轮上淬火。将浇铸轮的速度进行调整以制备具有变化的厚度(约0.3mm至0.6mm厚)的膜。然后将8英寸(20.3cm)x 18英寸(45.7cm)膜浸泡在ES流体中三次每次20分钟来萃取矿物油。

[0194] 随后通过将膜悬挂在通风橱内,使ES流体从每个样品蒸发。这制备实施例1Ex.1的聚合物复合材料,其随后用于使用上面列出的测试方法和致密化来进一步表征。

[0195] 实施例1的聚合物复合材料的横截面的SEM图像在图1中示出。如图1所示,在制备好的样品中的磁性薄片(致密化之前)通过相分离过程中产生的相互缠结的聚合物原纤(热塑性聚合物、网络结构)保持在一起。实施例1具有大的空隙率(孔隙率)。

[0196] 实施例2(Ex.2) 致密化的聚合物复合膜

[0197] 实施例1的条带通过压延机的轧辊,该压延机具有限定在轧辊之间的固定间隙。调节辊间隙,直至最终膜的厚度为大约150微米为止。这生成实施例2致密化的聚合物复合膜。

[0198] 然后将该膜切成6cm×7cm的小片,并用于密度测量(以上列出的测试方法)和SEM分析。致密化的样品实施例2的SEM横截面图像示出了仍被聚合物原纤保持高度堆积的薄片。然而,在致密化过程中,膜中的大部分空隙(孔隙率)被消除。

[0199] 实施例3 (Ex. 3) 超声致密的聚合物复合膜

[0200] 单独称量MP1颗粒和PE以得到95:5的总MP1比PE重量比。然后将单独组分分配到兰开斯特混合物(宾夕法尼亚州黎巴嫩的K实验室、Kercher工业公司(K-Lab, Kercher Industries, Inc., Lebanon, PA))的混合钵中。均通过使混合钵和轴以50%设置旋转来将粉末干混在一起45分钟。45分钟后,称重矿物油(MO)以得到55.5:44.5的固体(PE+MP1)比矿物油的重量比。

[0201] 在粉末混合的同时,通过顶部上的多孔口缓慢分配矿物油。一旦分配所有矿物油,就将共混物再混合45分钟以得到稠密的糊状稠度。然后将共混物舀到5加仑桶(约19.5升)中。

[0202] 使用具有流动控制板的桶加载器泵(明尼苏达州明尼阿波利斯的X20Graco公司(X20Graco Inc. Minneapolis, MN)),将共混物在~204°C下馈送到双螺杆挤出机(德国Berstorff的25mm共旋转双螺杆挤出机)的开放圆筒区域#2中,该双螺杆挤出机在177°C下连接到8英寸(20.3cm)的落模(威斯康辛州契皮瓦佛斯的诺森挤出模具工业公司(Nordson Extrusion Die Industries, Chippewa Falls, WI USA))中。

[0203] 将来自模具的热膜在40°C的平滑浇铸轮上淬火。将浇铸轮的速度进行调整以制备具有变化的厚度(约0.3mm至0.6mm厚)的膜。然后将8英寸(20.3cm) x 18英寸(45.7cm)膜浸泡在ES流体中三次每次20分钟来萃取矿物油。随后通过将膜悬挂在通风橱内,使ES流体从每个样品蒸发。

[0204] 使用具有一组轧辊的超声辅助压延机来将1.5英寸(3.8cm)宽的材料条带致密化,其中下辊的水平轴线在垂直轴线上是静止的,而顶辊的水平轴线在垂直方向上以20KHz超声振动。超声振动的辊由以连续模式使用的模型DCX电源(康涅狄格州丹伯里布兰森超声学公司(Branson Ultrasonics of Danbury, CT))供电。

[0205] 超声辅助致密化的线速度为5英尺/分钟(152cm/min,并且间隙设置被设定为0.006英寸(0.15mm)。使材料通过轧辊两次,首次为100%振幅(表示0.05mm峰至峰值振幅),然后为60%振幅。选择辊间隙和振幅设置,以便制备厚度在150微米至200微米范围内的最终膜。

[0206] 这生成实施例3致密化的聚合物复合膜。然后将该膜切割成6cm×7cm的小片,并用于密度测量(以上列出的测试方法)和磁性表征。

[0207] 结果

[0208] 下面的表2示出了在实施例1之前和在致密化实施例2之后膜中的铁硅铝磁合金薄片(MP1)的测量厚度、密度、空隙率和体积负载。为进行比较,对于具有相同铁硅铝磁合金薄片的CE-1,这些参数用聚氨酯作为粘结剂。实例2(致密化的聚合物复合膜)的负载显著高于商业产品CE-1中的那些。通过使实施例1的样品多次穿过轧辊并且/或者减小压延机的辊之间的间隙,展示具有多至68%的较高体积负载的100微米厚的膜。

[0209] 表2: 磁性复合膜中磁性颗粒的体积负载

实施例	厚度 (mm)	密度 (g/cc)	空隙 (%)	MP1 负载 (体积%)
[0210] 实施例 1	0.519±0.29	1.39	74	18.8
实施例 2	0.143±0.007	4.67	11	64.2
实施例 3	0.181+/-0.009	3.9	25	54
CE-1	0.10	4.1	4	50

[0211] 表3示出了示例性膜关键电磁特性[DC电阻率、在6.78MHz下测量的磁导率的实部(μ')和虚部(μ'')、饱和磁化强度(M_s)、矫顽场(H_c)和损耗角正切($\tan(\alpha)$)]。

[0212] 表3:磁性复合膜的电磁特性

实施例	电阻率 ($\Omega\cdot m$)	μ' (6.78MHz z)	μ'' (6.78MHz z)	$4\pi M_s$ (高斯)	H_c (Oe)	$\tan(\alpha)$
[0213] 实施例 1	9.74E+06	26	2.6	2300	1.31	0.099
实施例 2	8.61E+04	82	4.7	6730	4.52	0.017
实施例 3	-	103	-	5430	2.47	-
CE-1	9.90E+03	146	29.8	5570	1.6	0.2

[0214] 这些结果表明,实施例2致密的聚合物复合膜的饱和磁化显著高于CE-1。

[0215] 表4示出了实施例q和比较实施例中的每个的厚度和无线功率传输效率(WPT效率)。

[0216] 表4:无线功率传输效率(在~5瓦下)

实施例	厚度 (mm)	WPT 效率 (%)
[0217] 实施例 1	0.517	65.5
实施例 2	0.144	65.2
实施例 3	0.181	69.7
CE-1	0.146	69.8

[0218] 虽然本说明书已经详细地描述了某些示例性实施方案,但是应当理解,本领域的技术人员在理解上述内容后,可很容易地想到这些实施方案的更改、变型和等同物。因此,应当理解,本公开不应不当地受限于以上示出的示例性实施方案。

[0219] 如本说明书中所用的,通过端点表述的数值范围包括该范围内所包括的所有数值(例如,1至5包括1、1.5、2、2.75、3、3.8、4和5)。因此,除非有相反的说明,否则在上述说明书和所附实施方案列表中示出的数值参数可根据本领域的技术人员利用本公开的教导内容寻求获得的期望属性而变化。最低程度上说,并且在不试图将等同原则的应用限制到受权利要求书保护的实施方案的范围内的情况下,每个数值参数应至少根据所报告的数值的有效数位的数量并通过应用惯常的四舍五入法来解释。

[0220] 此外,本文引用的所有出版物和专利均以引用的方式全文并入本文中,如同各个单独的出版物或专利都特别地和单独地指出以引用方式并入一般。已对各个示例性实施方案进行了描述。这些实施方案以及其它实施方案均在如下权利要求书的范围内。

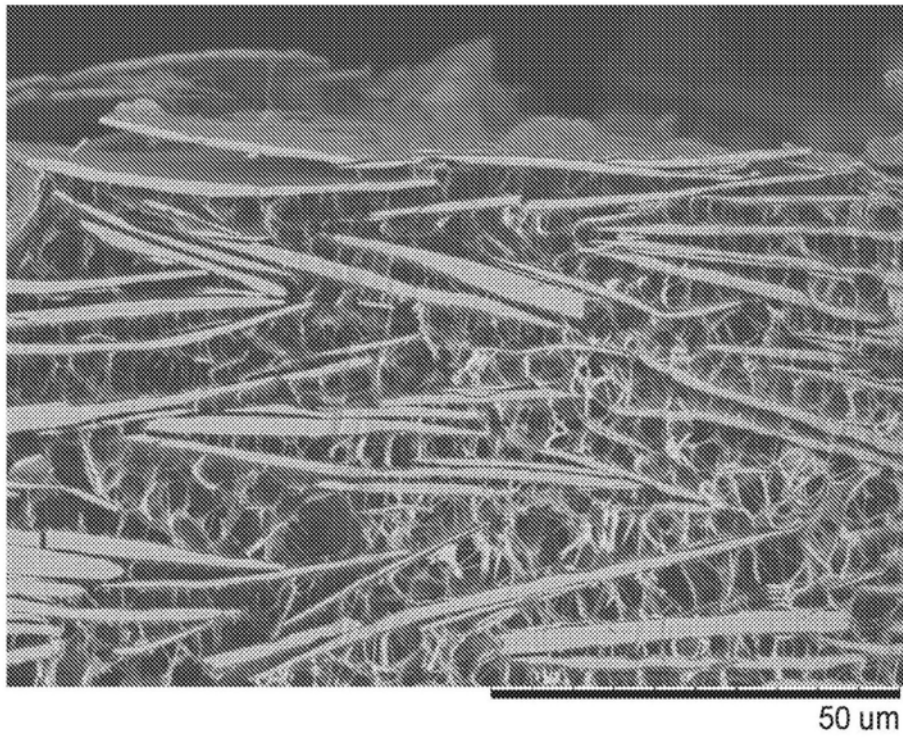


图1

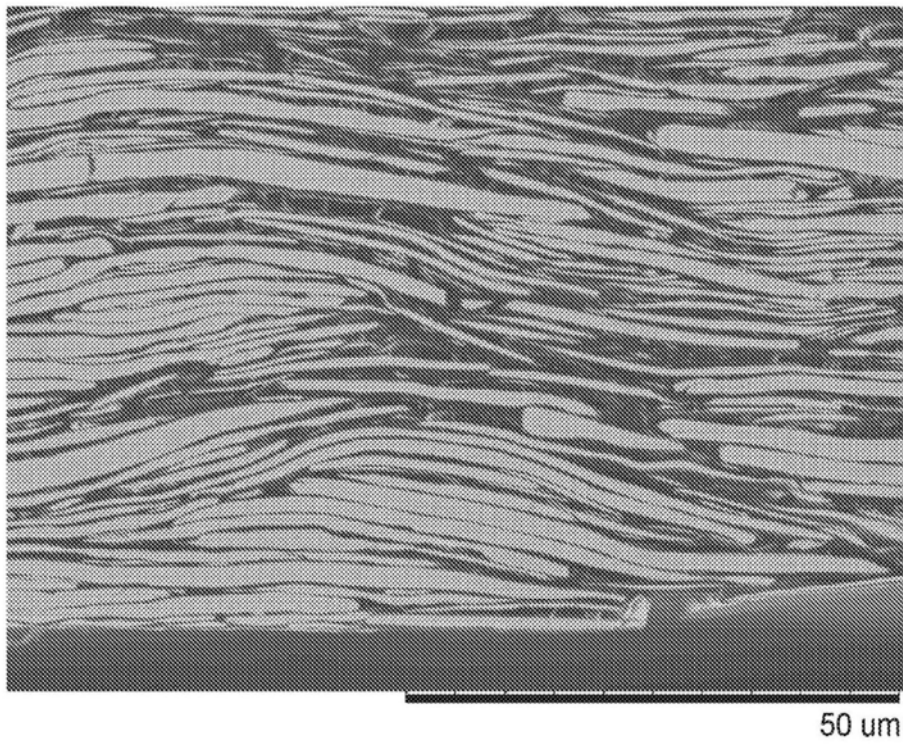


图2