



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104704151 B

(45)授权公告日 2016.11.09

(21)申请号 201380043178.8

(22)申请日 2013.08.09

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104704151 A

(43)申请公布日 2015.06.10

(30)优先权数据

61/683,565 2012.08.15 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.02.13

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2013/054367 2013.08.09

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/028333 EN 2014.02.20

(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 格雷格·D·达尔克 吴永康

迈克·D·克兰德尔

易卜拉欣·S·居内斯

(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 张爽 郭国清

(51)Int.Cl.

D01F 9/08(2006.01)

(56)对比文件

EP 0175484 A2,1986.03.26,

US 5230956 A,1993.07.27,

JP 特开平3-14622 A,1991.01.23,

JP 特开平10-292229 A,1998.11.04,

JP 特开平11-43826 A,1999.02.16,

CN 101381225 A,2009.03.11,

审查员 严俊芳

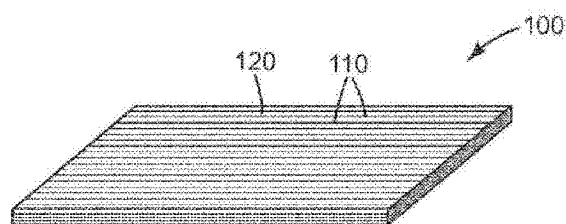
权利要求书4页 说明书16页 附图4页

(54)发明名称

上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维、制备该纤维的方法和包括该纤维的组合物

(57)摘要

本发明提供了上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,基于该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,其包含:0.1重量%至15重量%的包含聚酰胺的复胶树脂;85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。另外,公开了制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法,以及在聚合物基体中包含该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的组合物。



1. 上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 基于所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计, 其包含:

0.1重量%至15重量%的包含聚酰胺的复胶树脂, 其中所述聚酰胺具有小于或等于160℃的熔点; 和

85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维,

其中:

与纤维相关的术语“短”是指平均长度小于或等于2.54cm的纤维,

术语“氧化铝基”意指基于被指代对象的总重量计, 包含至少35重量%的氧化铝,

术语“纤维”是指单根纤维或多根纤维,

术语“无机氧化物”包括了包含结晶陶瓷、玻璃陶瓷和/或非晶相的无机氧化物。

2. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

3. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

4. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述聚酰胺包含脂族聚酰胺。

5. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

6. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

7. 根据权利要求6所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述氧化铝包含 α 氧化铝。

8. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

9. 根据权利要求8所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

10. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维具有小于25毫米的长度。

11. 根据权利要求1所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其还包含硅烷偶联剂的反应产物。

12. 根据权利要求11所述的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述硅烷偶联剂的反应产物包含所述硅烷偶联剂与所述短氧化铝基无机氧化物纤维的反应产物。

13. 一种组合物, 其包含被分散在聚合物基体中的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中基于所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计, 所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

0.1重量%至15重量%的包含第一聚酰胺的复胶树脂; 和

85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维, 其中所述聚合物基体包含不同于所述第一聚酰胺的第二聚酰胺, 和

其中所述组合物是热塑性的,

其中：

与纤维相关的术语“短”是指平均长度小于或等于2.54cm的纤维，

术语“氧化铝基”意指基于被指代对象的总重量计，包含至少35重量%的氧化铝，

术语“纤维”是指单根纤维或多根纤维，

术语“无机氧化物”包括了包含结晶陶瓷、玻璃陶瓷和/或非晶相的无机氧化物。

14.根据权利要求13所述的组合物，其中所述第一聚酰胺包含脂族聚酰胺。

15.根据权利要求13所述的组合物，其中所述第一聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

16.根据权利要求13所述的组合物，其中所述第一聚酰胺具有小于或等于160℃的熔点。

17.根据权利要求13所述的组合物，其中所述第二聚酰胺具有至少180℃的熔点。

18.根据权利要求13所述的组合物，其中所述复胶树脂占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

19.根据权利要求13所述的组合物，其中所述复胶树脂占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

20.根据权利要求13所述的组合物，其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

21.根据权利要求20所述的组合物，其中所述氧化铝包含 α 氧化铝。

22.根据权利要求13所述的组合物，其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

23.根据权利要求22所述的组合物，其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

24.根据权利要求13所述的组合物，其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维具有小于25毫米的长度。

25.根据权利要求13所述的组合物，其还包含硅烷偶联剂的反应产物。

26.根据权利要求25所述的组合物，其中所述硅烷偶联剂的反应产物包含所述硅烷偶联剂与所述短氧化铝基无机氧化物纤维的反应产物。

27.一种制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法，该方法包括：

将含水分散体和连续氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维，其中所述连续氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝；

至少部分干燥所述前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维以提供上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维，以及

将所述上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维转换为所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维，其中所述含水分散体包含聚酰胺，并且其中基于所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计，所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含：

0.1重量%至15重量%的所述聚酰胺；和

85重量%至99.9重量%的所述短氧化铝基无机氧化物纤维，

其中：

与纤维相关的术语“短”是指平均长度小于或等于2.54cm的纤维，

术语“氧化铝基”意指基于被指代对象的总重量计,包含至少35重量%的氧化铝,

术语“纤维”是指单根纤维或多根纤维,

术语“无机氧化物”包括了包含结晶陶瓷、玻璃陶瓷和/或非晶相的无机氧化物。

28.根据权利要求27所述的方法,该方法还包括将所述连续氧化铝基无机氧化物纤维与硅烷偶联剂混合。

29.根据权利要求27所述的方法,其中所述氧化铝包含 α 氧化铝。

30.根据权利要求27所述的方法,其中所述连续氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

31.根据权利要求30所述的方法,其中所述连续氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

32.一种制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法,该方法包括:

将含水分散体和短氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的纤维;

至少部分干燥所述前体上胶的纤维以提供所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述含水分散体包含聚酰胺,并且其中基于所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

0.1重量%至15重量%的所述聚酰胺;和

85重量%至99.9重量%的所述短氧化铝基无机氧化物纤维,

该方法还包括将所述短氧化铝基无机氧化物纤维与硅烷偶联剂混合,

其中:

与纤维相关的术语“短”是指平均长度小于或等于2.54cm的纤维,

术语“氧化铝基”意指基于被指代对象的总重量计,包含至少35重量%的氧化铝,

术语“纤维”是指单根纤维或多根纤维,

术语“无机氧化物”包括了包含结晶陶瓷、玻璃陶瓷和/或非晶相的无机氧化物。

33.根据权利要求32所述的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

34.根据权利要求33所述的方法,其中所述氧化铝包含 α 氧化铝。

35.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

36.根据权利要求35所述的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

37.根据权利要求27或32所述的方法,该方法还包括在将所述聚酰胺与所述短氧化铝基无机氧化物纤维混合后至少部分地交联所述聚酰胺。

38.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述聚酰胺具有小于160℃的熔点。

39.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述聚酰胺包含脂族聚酰胺。

40.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

41.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

42.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

43.根据权利要求27或32所述的方法,其中所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维具

有小于25毫米的长度。

上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维、制备该纤维的方法和包括该纤维的组合物

技术领域

[0001] 本公开广义涉及上胶的无机氧化物纤维、纤维复合物及其制备方法。

背景技术

[0002] 高模量、高强度无机氧化物纤维被用于制备许多高性能聚合物复合材料。大体有两种类型的聚合物复合物：短纤维增强复合物和连续纤维增强复合物。短纤维增强复合物往往包含热塑性塑料并通过挤出工艺来加工。连续纤维增强复合物往往包含热固性树脂，其中纤维通常被预先绞捻并用树脂浸渍以制备所谓的“预浸料坯”，接着该预浸料坯被绞捻并被固化成特定形状。在预切断短纤维通过进料口被添加到挤出机的情况下，此类复合材料通常通过挤出配混工艺来制备。为了便于纤维添加，纤维胶粘剂（即，纤维胶粘）被用于将切断纤维以丝束保持直到其被分散在挤出机内。未充分捆绑的纤维会妨碍该配混工艺；例如，通过阻塞挤出机进料口。纤维上胶的另一个重要作用是在无机氧化物纤维与聚合物基体之间提供高界面粘附力。良好的纤维-聚合物基体粘附力提供纤维与聚合物基体之间有效的负荷转移，从而允许无机氧化物纤维有效增强基体聚合物。适当纤维上胶的选择通常依赖纤维与聚合物基体之间的特定组合。

发明内容

[0003] 本发明人已发现一种用于短氧化铝基无机氧化物纤维的上胶处理，其使短氧化铝基无机氧化物纤维能够分散到聚合物中，尤其是包含聚酰胺的那些聚合物。上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维可易于掺入到聚合物熔融流中，并在该纤维与聚合物基体之间通常提供良好的界面粘附力。

[0004] 在一个方面，本公开提供上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维，基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计，其包含：

[0005] 0.1重量%至15重量%的包含聚酰胺的复胶树脂；和

[0006] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0007] 在另一方面，本公开提供一种包含被分散在聚合物基体中的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的组合物，其中基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计，该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含：

[0008] 0.1重量%至15重量%的包含第一聚酰胺的复胶树脂；和

[0009] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维，其中该聚合物基体包含不同于第一聚酰胺的第二聚酰胺。

[0010] 在另一方面，本公开提供制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法，该方法包括：

[0011] 将含水分散体和连续氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维；

[0012] 至少部分干燥前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维以提供上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维,以及

[0013] 将该上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维转换为上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中该含水分散体包含聚酰胺,并且其中基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

[0014] 0.1重量%至15重量%的聚酰胺;和

[0015] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0016] 在另一方面,本公开提供一种制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法,该方法包括:

[0017] 将含水分散体和短氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的纤维;

[0018] 至少部分干燥该前体上胶的纤维以提供该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中该含水分散体包含聚酰胺,并且其中基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

[0019] 0.1重量%至15重量%的聚酰胺;和

[0020] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

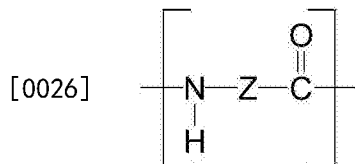
[0021] 如本文所用:

[0022] 术语“氧化铝基”意指基于被指代对象的总重量计,包含至少35重量%的氧化铝(Al_2O_3);

[0023] 除非另外指明,否则术语“纤维”是指单根纤维或多根纤维;

[0024] 术语“无机氧化物”包括了包含结晶陶瓷、玻璃陶瓷和/或非晶相的无机氧化物;

[0025] 术语“聚酰胺”是指包含由下式表示的重复二价链段的任何聚合物:



[0027] 其中Z表示二价有机基团,其可以包含例如C、H、N、O和/或Si。

[0028] 与纤维相关的术语“短”是指平均长度小于或等于一英寸(2.54cm)的纤维。

[0029] 在本公开中的范围应被视为包括其端值,除非另外指明。

[0030] 在考虑具体实施方式以及所附权利要求书之后,将进一步理解本公开的特征和优点。

附图说明

[0031] 图1是根据本公开的示例性的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维100的透视图。

[0032] 图2是根据本公开的示例性组合物200的透视图。

[0033] 图3是比较例C的组合物的扫描电子显微图。

[0034] 图4是实例1的组合物的扫描电子显微图。

[0035] 图5是实例2的组合物的扫描电子显微图。

[0036] 图6是实例3的组合物的扫描电子显微图。

[0037] 图7是实例4的组合物的扫描电子显微图。

[0038] 图8是实例5的组合物的扫描电子显微图。

[0039] 图9是实例6的组合物的扫描电子显微图。

[0040] 应当理解,本领域的技术人员可以设计出大量其他修改形式和实施例,这些修改形式和实施例也在本发明的原理的范围和实质内。各图可能未按比例绘制。

具体实施方式

[0041] 现在参考图1,根据本公开制备的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维100包含短氧化铝基无机氧化物纤维110和聚酰胺120。

[0042] 基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。在一些实施例中,基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含94重量%到99.5重量%或甚至96重量%到99重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0043] 短氧化铝基无机氧化物纤维可以被切断和/或折断。它们可以全部具有基本相同的长度或它们可以包括不同的长度。通常,上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含通过复胶树脂彼此结合的一束短氧化铝基无机氧化物纤维。可例如通过截断上胶的连续丝束以产生一束对齐的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,来制备此类束。

[0044] 短氧化铝基无机氧化物纤维可以具有至少10、20、30、40或甚至至少50的长宽比,但这不作为要求。短氧化铝基无机氧化物纤维通常具有至少大约5微米的平均有效纤维直径,但这不作为要求。在一些实施例中,平均有效纤维直径小于或等于50微米或小于或等于25微米。

[0045] 在一些实施例中,无机氧化物纤维具有至少100吉帕(GPa)、至少150GPa、至少200GPa或甚至至少大约300GPa的平均拉伸模量。

[0046] 用于本公开中的短氧化铝基无机氧化物纤维通常通过切断或折断对应的氧化铝基连续无机氧化物纤维来制备。氧化铝基连续无机氧化物纤维可以作为单细丝或例如以纱线或丝束组合在一起商购获得。丝束在纤维领域中是人们所熟知的,并且是指收集成绳状形式的多个(单独)纤维(通常为至少100个纤维,并且更典型地是至少400个纤维)。纱线或丝束通常每丝束包括几百到几千(例如,至少2500)个单独纤维。氧化铝基无机氧化物纤维可以各种长度获得,包括300米和更大的长度。无机氧化物纤维可以具有例如是圆形或椭圆形的横截面形状。

[0047] 可用的氧化铝基无机氧化物纤维包括例如在美国专利3,795,524(Sowman)中公布的铝硼硅酸盐纤维。在一些实施例中,以理论氧化物为基础,铝硼硅酸盐纤维包含:基于铝硼硅酸盐纤维的总重量计,大约35重量%到大约75重量%(更优选地,大约55重量%到大约75重量%)的 Al_2O_3 ;大于0重量%(更优选地,至少大约15重量%)并小于大约50重量%(更优选地,小于大约45%,以及更优选地,小于大约40%)的 SiO_2 ;以及大于大约1重量%(更优选地,小于大约25重量%,甚至更优选地,大约1重量%到大约20重量%,以及最优选地,大约2重量%到大约15重量%)的 B_2O_3 。优选的铝硼硅酸盐纤维可以商品名NEXTEL 312无机氧化物纤维从明尼苏达州梅普尔伍德的3M公司(3M Company, Maplewood, Minnesota)商购获得。

[0048] 可用的氧化铝基无机氧化物纤维还包括硅铝酸盐纤维。硅铝酸盐纤维(通常为晶体)包含在大约67重量%到大约97重量%范围内的氧化铝和在大约3重量%到大约33重

量%范围内的氧化硅。硅铝酸盐纤维可如例如在美国专利4,047,965(Karst等人)中所述来制备。在一些实施例中,基于硅铝酸盐纤维的总重量计,以理论氧化物为基础,硅铝酸盐纤维包含大约67重量%到大约85重量%的 Al_2O_3 和大约33重量%到大约15重量%的 SiO_2 。在一些实施例中,基于硅铝酸盐纤维的总重量计,以理论氧化物为基础,硅铝酸盐纤维包含大约67重量%到大约77重量%的 Al_2O_3 和大约23重量%到大约33重量%的 SiO_2 。在一些实施例中,基于硅铝酸盐纤维的总重量计,以理论氧化物为基础,硅铝酸盐纤维包含大约85重量%到大约97重量%的 Al_2O_3 和大约3重量%到大约15重量%的 SiO_2 。硅铝酸盐纤维可例如以NEXTEL 550和NEXTEL 720硅铝酸盐纤维从3M公司商购获得。

[0049] 在一些实施例中,基于氧化铝纤维的总重量计,以理论氧化物为基础,氧化铝纤维包含大于大约98重量%的 Al_2O_3 和大约0.2重量%到大约1.0重量%的 SiO_2 。 α 氧化铝纤维可例如以NEXTEL 610无机氧化物纤维从3M公司商购获得。

[0050] 另外可用的是氧化铝-氧化铬-金属(IV)氧化物纤维(例如,如在美国专利4,125,406(Sowman)中所述)和氧化铝纤维(例如,如在美国专利3,808,015(Seufert)中所述)。

[0051] 用于制备氧化铝基无机氧化物纤维的方法是本领域已知的并且包括例如在美国专利4,954,462(Wood等人)中公开的方法。例如,带有高氧化铝含量的纤维(例如,>60重量%的氧化铝)可由通过喷丝头挤出含水或无机前体凝胶,之后以高温($\geq 900^\circ\text{C}$)加热处理来干燥以形成连续耐火纱线来制备。

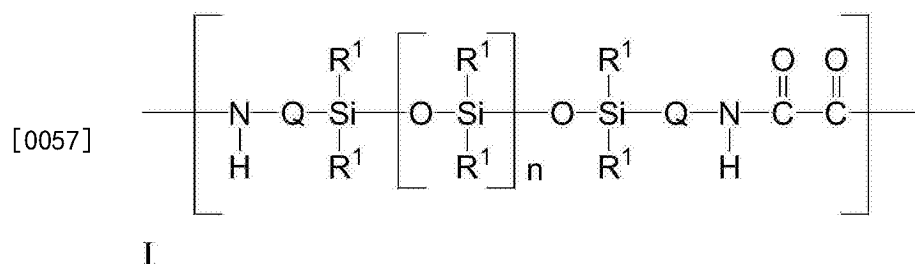
[0052] 基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,复胶树脂以0.1重量%至15重量%的量(包括端值)被包含在上胶的无机氧化物纤维中。在一些实施例中,基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,复胶树脂以0.1重量%至6重量%、0.5重量%至5重量%或甚至1重量%至4重量%的量被包含在上胶的短的氧化铝基无机氧化物纤维中。

[0053] 可用作复胶树脂的聚酰胺包括例如可用作热熔融粘合剂的那些复胶树脂。通常,复胶树脂是脂族,但这不作为要求。例如,如果需要,复胶树脂可以包括芳族聚酰胺。该复胶树脂可以以任何形式使用,但是通常作为胶乳分散体被施加到氧化铝基无机氧化物纤维。

[0054] 可以被包含在用于氧化铝基无机氧化物纤维的复胶树脂中的可用聚酰胺的示例包括:尼龙-6;尼龙-6,6;尼龙-11;尼龙-12;尼龙-6,12;尼龙-6,9;尼龙-4;尼龙-4,2;尼龙-4,6;尼龙-7;尼龙-8;含环的聚酰胺诸如尼龙-6,T和尼龙-6,1;以及聚酰胺共聚物(例如,聚酰胺多元聚合物)。可以被用于氧化铝基无机氧化物纤维的复胶的可用聚酰胺的示例也包括可以商品名ELVAMIDE尼龙多元聚合物树脂诸如例如ELVAMIDE 8061(m.p. = 158°C)、ELVAMIDE 8063尼龙多元聚合物树脂(m.p. = 158°C)、ELVAMIDE 8023R(m.p. = 154°C)以及ELVAMIDE 8066(m.p. = 115°C)购自特拉华州威尔明顿的E.I.杜邦公司(E.I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, Delaware)的那些可用聚酰胺。可用的复胶树脂包括热熔融聚酰胺,其可以商品名UNI-REZ诸如例如UNI-REZ 2620、UNI-REZ 2626、UNI-REZ 2632、UNI-REZ 2633、UNI-REZ 2635、UNI-REZ 2641、UNI-REZ 2651、UNI-REZ 2671、UNI-REZ 2672、UNI-REZ 2674、UNI-REZ 2678、UNI-REZ 2720、UNI-REZ 2721、UNI-REZ 2722、UNI-REZ 2727和UNI-REZ TP101购自佛罗里达州杰克逊维尔的亚利桑那化学品公司(Arizona Chemicals, Jacksonville, Florida)。

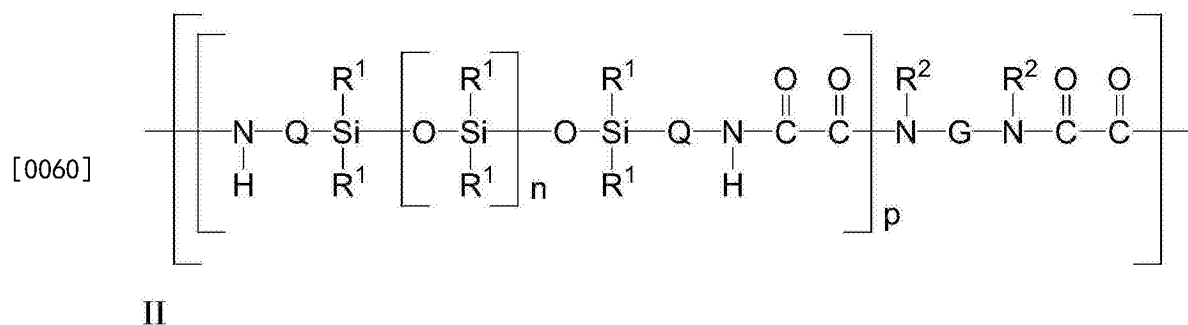
[0055] 在一些实施例中,聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。合适的此类聚酰胺的示例包括硅氧烷聚乙二酰胺(SP0_x)弹性体。

[0056] 硅氧烷聚乙二酰胺可以包含至少两个(例如,至少2个、至少5个、至少10个,或至少20个)由(下面)式I表示的二价单元:



[0058] 其中每个R¹独立地表示烷基、卤代烷基、芳烷基、烯基、芳基,或用烷基或烷氧基基团取代的芳基,或卤素,其中至少50%的R¹基团是甲基。每个Q独立地表示亚烷基、亚芳烷基或它们的组合。下标n独立地是范围40到1500的整数。这种类型的SP0_x弹性体可以通过双(氨基丙基)聚二甲基硅氧烷二胺与草酸二乙酯缩合以提供α, ω-草酸乙酯封端SP0_x材料来制备。

[0059] 在一些实施例中,可用的SP0_x弹性体包含至少两个(例如,至少2个、至少3个、至少4个,或至少5个)由(下面)式II表示的二价单元。



[0061] 其中p表示范围1到10的整数,G表示二价有机基团(例如,具有1到20个碳原子的亚烷基)。R²表示氢或烷基,或R²与G以及R²和G均附接到其上的氮接合在一起形成杂环基团。此类SP0_x弹性体可以在两步骤过程中制备。在第一步骤中,α, ω-双(氨基丙基)聚二甲基硅氧烷二胺用草酸二乙酯封端以提供n个α, ω-草酸乙酯封端的前体硅氧烷聚乙二酰胺。在第二步骤中,上述的封端产品接着与亚烷基二胺(例如,1,2-乙二胺)缩聚以形成SP0_x聚合物。

[0062] 关于SP0_x聚合物和用于它们合成的方法的另外细节可见于例如美国专利7,371,464B2(Sherman等人)。

[0063] 该聚酰胺可以是被涂覆在氧化铝基无机氧化物纤维上的溶剂,或其可以被用作含水分散体。制备聚酰胺的溶剂和含水分散体的方法在本领域中为人们所熟知,并且包括例如溶剂反转(solvent inversion)或低温研磨,之后是使用分散助剂分散。

[0064] 可用的可商购获得的含水聚酰胺分散体包括:可购自新泽西州布鲁姆费尔德的通用塑料公司(General Plastics Corp., Bloomfield, New Jersey)的GENTON 310含水分散体,10重量%分散体的ELVAMIDE 8063尼龙多元聚合物树脂;以及可购自俄亥俄州辛辛那提市的米歇尔曼的HYDROSIZE PA845阴离子含水尼龙分散体。

[0065] 在一些实施例中,复胶树脂可以包含具有相对低熔点诸如例如小于或等于160℃、小于或等于155℃或甚至小于或等于150℃的聚酰胺。

[0066] 通常,上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维基本上不含挥发性液体组分,但这不作

为要求。例如,上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维可以包含小于2%、小于1%、小于0.5%或甚至小于0.1%的挥发性液体组分。

[0067] 可例如通过将聚酰胺的溶剂溶液或含水分散体与短氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维前体、至少部分干燥该上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维前体以提供上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,来制备根据本公开的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维。复胶树脂施加于纤维的可用方法包括例如浸涂、辊涂和喷涂。

[0068] 在另一个实施例中,上述工艺可以在连续纤维丝束上执行,之后是将丝束切割成短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0069] 在一些实施例中,还包含带有复胶树脂的硅烷偶联剂是可取的。

[0070] 不受理论的束缚,据信硅烷偶联剂可与氧化铝基无机氧化物纤维的表面反应,形成键合到该氧化铝基无机氧化物纤维并且在一些情况下还键合到复胶树脂的共价键,从而增强氧化铝基无机氧化物纤维对该复胶和/或聚合物基体的粘附性。

[0071] 硅烷偶联剂包含被键合到硅原子的有机基团,该硅原子具有键合到其上的1到3个可水解基团。该有机基团可以包含酯族或芳族基团,或具有反应性官能团的基团(例如, $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ 、 $-\text{NH}_2$ 、 $-\text{OH}$,以及 $-\text{SH}$)。

[0072] 可用的硅烷偶联剂可以由以下通式表示:

[0073] $\text{Y}-\text{R}_n-\text{Si}-(\text{X})_{(4-n)}$

[0074] 其中R是二价有机残基(例如,具有1到8个碳原子的亚烷基),X是可水解基团,Y是反应官能基团,并且n是1、2或3。合适的基团Y包括例如乙烯基、环氧树脂、丙烯酰基、甲基丙烯酰基、氨基、巯基和苯乙烯基。根据所采用的特定粘合剂系统,如果需要,许多其它官能基团可以被使用。合适的可水解基团X包括例如烷氧基、酰氧基、氨基和氯。

[0075] 可用的硅烷偶联剂的示例包括:3-(2-氨基乙基氨基)-丙基三甲氧基硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷、(3-缩水甘油氧基丙基)-三甲氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷(可以商品名A-1100购自密歇根州米德兰的道康宁公司(Dow Corning, Midland, Michigan))、3-氨基丙基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、3-(三乙氧基甲硅烷基)丙基异氰酸酯、乙基3-(三乙氧基甲硅烷基)丙基氨基甲酸酯和乙烯基三甲氧基硅烷。

[0076] 硅烷偶联剂可以在复胶树脂被施加到氧化铝基无机氧化物纤维之前、之后或同时被施加于该氧化铝基无机氧化物纤维。该硅烷偶联剂可以未水解地被使用或可以在被施加于氧化铝基无机氧化物纤维之前被预水解。如果硅烷偶联剂未水解地被施加于表面,那么,它通常首先在水有机溶剂中被溶解为稀释液,以便在该溶剂蒸发后在该表面上赋予期望量的硅烷偶联剂。在此类实施例中,硅烷偶联剂由于外来水的存在而在空气中固化,并可以与固体基质形成强效键合。加热硅烷化表面可加速此类固化。

[0077] 如果硅烷偶联剂被使用,那么,该硅烷偶联剂通常以至少足以提供氧化铝基无机氧化物纤维的至少单层覆盖的水平来使用,但这不作为要求。

[0078] 复胶树脂还可以包含至少一种附加组分诸如例如润湿剂、抗静电剂、润滑剂以及它们的组合。

[0079] 在一些实施例中,复胶树脂可以在施加于纤维后至少部分被交联(例如,通过加热、交联剂的添加、电子束辐射、 γ 辐射和/或UV辐射)。

[0080] 根据本公开的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维例如可用于分散聚合物基体中的氧化铝基无机氧化物纤维,该聚合物基体包含与被包含在复胶树脂中的聚酰胺不同的聚酰胺。现在参见图2,组合物200包含被分散在聚合物基体220中的根据本公开的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维210。

[0081] 一般来讲,在该聚合物基体中的聚酰胺与被包含在复胶树脂中的聚酰胺是化学不同的(例如,具有不同的单体单元和/或连通性);例如,在复胶树脂中的尼龙-6和在聚合物基体中的尼龙6,6。

[0082] 可用于聚合物基体中的聚酰胺包括上述给定用于复胶树脂中的那些聚酰胺,但是有利地具有相对更高熔点。例如,在聚合物基体中的聚酰胺可以具有至少20℃、至少30℃、至少40℃、至少50℃、至少60℃、至少80℃,或甚至比复胶树脂中的聚酰胺熔点高至少100℃的熔点。在一些实施例中,例如在聚合物基体中的聚酰胺具有至少180℃、至少230℃、至少270℃或甚至至少320℃的熔点。

[0083] 应该指出的是,特定聚酰胺材料的选择应基于特定预期应用的物理需求。用于聚合物基体的可用聚酰胺的示例包括尼龙-6、尼龙-6,6、尼龙-11和尼龙-12。尼龙-6和尼龙-6,6提供比尼龙-11和尼龙-12更好的耐热特性,而尼龙-11和尼龙-12提供更好的耐化学品属性。此外,其它尼龙材料诸如尼龙-6,12、尼龙-6,9、尼龙-4、尼龙-4,2、尼龙-4,6、尼龙-7和尼龙-8以及含环聚酰胺诸如尼龙-6,T和尼龙-6,1可以被使用。合适的尼龙包括可购自新泽西州萨默塞特的Creanova公司(Creanova, Inc. of Somerset, New Jersey)的VESTAMID L2140(尼龙-12)。含聚醚的聚酰胺诸如可购自宾夕法尼亚州费城的阿托化学北美公司(Atochem North America, Philadelphia, Pennsylvania)的PEBAX聚酰胺也可以被使用。

[0084] 聚合物基体可以包括另外的一个或多个组分,诸如例如热塑性聚合物、热固性树脂、填料、抗氧化剂、光稳定剂、固化剂/交联剂和/或着色剂(例如,染料和颜料)中的一种或多种。

[0085] 在一些实施例中,根据本公开的组合物是热塑性的。在其它实施例中,根据本公开的组合物是热固性的(即,被交联到其不可熔融加工的点)。

[0086] 如本文所用,词语形式“包含”、“具有”和“包括”在法律上等同且具有开放式含义。因此,除了列举的元件、功能、步骤或限制之外,还可以有其他未列举的元件、功能、步骤或限制。

[0087] 本发明的精选实施例

[0088] 在第一实施例中,本公开提供上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,其包含:

[0089] 0.1重量%至15重量%的包含聚酰胺的复胶树脂;和

[0090] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0091] 在第二实施例中,本公开提供根据第一实施例的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中聚酰胺具有小于或等于160℃的熔点。

[0092] 在第三实施例中,本公开提供根据第一实施例或第二实施例的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

[0093] 在第四实施例中,本公开提供根据第一实施例或第二实施例的上胶的短氧化铝基

无机氧化物纤维,其中聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

[0094] 在第五实施例中,本公开提供根据第一实施例到第四实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中聚酰胺包含脂族聚酰胺。

[0095] 在第六实施例中,本公开提供根据第一实施例到第四实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

[0096] 在第七实施例中,本公开提供根据第一实施例到第六实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

[0097] 在第八实施例中,本公开提供根据第七实施例的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中氧化铝包含 α 氧化铝。

[0098] 在第九实施例中,本公开提供根据第一实施例到第八实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

[0099] 在第十实施例中,本公开提供根据第九实施例的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

[0100] 在第十一实施例中,本公开提供根据第一实施例到第十实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维具有小于25毫米的长度。

[0101] 在第十二实施例中,本公开提供根据第一实施例到十一实施例中的任一项的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其还包含硅烷偶联剂的反应产物。

[0102] 在第十三实施例中,本公开提供根据第十二实施例的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述硅烷偶联剂的反应产物包含所述硅烷偶联剂与所述短氧化铝基无机氧化物纤维的反应产物。

[0103] 在第十四实施例中,本公开提供一种包含被分散在聚合物基体中的上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的组合物,其中基于所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

[0104] 0.1重量%至15重量%的包含第一聚酰胺的复胶树脂;和

[0105] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述聚合物基体包含不同于第一聚酰胺的第二聚酰胺。

[0106] 在第十五实施例中,本公开提供根据第十四实施例的组合物,其中所述组合物是热塑性的。

[0107] 在第十六实施例中,本公开提供根据第十四实施例或第十五实施例的组合物,其中第一聚酰胺包含脂族聚酰胺。

[0108] 在第十七实施例中,本公开提供第十四实施例或第十五实施例的组合物,其中第一聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

[0109] 在第十八实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第十七实施例中的任一项的组合物,其中第一聚酰胺具有小于或等于160℃的熔点。

[0110] 在第十九实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第十八实施例中的任一项的组合物,其中第二聚酰胺具有至少180℃的熔点。

[0111] 在第二十实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第十九实施例中的任一组的组合,其中复胶树脂占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

[0112] 在第二十一实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第二十实施例中的任一组的组合,其中所述复胶树脂占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

[0113] 在第二十二实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第二十一实施例中的任一组的组合,其中所述短氧化铝无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

[0114] 在第二十三实施例中,本公开提供根据第二十二实施例的组合,其中所述氧化物包含 α 氧化铝。

[0115] 在第二十四实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第二十三实施例中的任一组的组合,其中所述短纤维氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

[0116] 在第二十五实施例中,本公开提供根据第二十四实施例的组合,其中所述短纤维氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

[0117] 在第二十六实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第二十五实施例中的任一组的组合,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维具有至少25毫米的长度。

[0118] 在第二十七实施例中,本公开提供根据第十四实施例到第二十六实施例的组合,其还包含硅烷偶联剂的反应产物。

[0119] 在第二十八实施例中,本公开提供根据第二十七实施例的组合,其中硅烷偶联剂的所述反应产物包含所述硅烷偶联剂与所述短氧化铝基无机氧化物纤维的反应产物。

[0120] 在第二十九实施例中,本公开提供制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法,所述方法包括:

[0121] 将含水分散体和连续氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维;

[0122] 至少部分干燥前体上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维以提供上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维,以及

[0123] 将所述上胶的连续氧化铝基无机氧化物纤维转换为上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述含水分散体包含聚酰胺,并且其中基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

[0124] 0.1重量%至15重量%的聚酰胺;和

[0125] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0126] 在第三十实施例中,本公开提供根据第二十九实施例的方法,该方法还包括将所述连续氧化铝基无机氧化物纤维与硅烷偶联剂混合。

[0127] 在第三十一实施例中,本公开提供根据第二十九实施例或第三十实施例的方法,其中所述连续氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

[0128] 在第三十二实施例中,本公开提供根据第三十一实施例的方法,其中所述氧化物包含 α 氧化铝。

[0129] 在第三十三实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第三十二实施例中的任一的方法,其中所述连续氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

[0130] 在第三十四实施例中,本公开提供根据第三十三实施例的方法,其中所述连续氧

化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

[0131] 在第三十五实施例中,本公开提供制备上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的方法,所述方法包括:

[0132] 将含水分散体和短氧化铝基无机氧化物纤维混合以提供前体上胶的纤维;

[0133] 至少部分干燥所述前体上胶的纤维以提供所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维,其中所述含水分散体包含聚酰胺,并且其中基于上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量计,所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维包含:

[0134] 0.1重量%至15重量%的聚酰胺;和

[0135] 85重量%至99.9重量%的短氧化铝基无机氧化物纤维。

[0136] 在第三十六实施例中,本公开提供根据第三十五实施例的方法,该方法还包括将所述短氧化铝基无机氧化物纤维与硅烷偶联剂混合。

[0137] 在第三十七实施例中,本公开提供根据第三十五实施例或第三十六实施例的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维包含至少60重量%的氧化铝。

[0138] 在第三十八实施例中,本公开提供根据第三十七实施例的方法,其中所述氧化物包含 α 氧化铝。

[0139] 在第三十九实施例中,本公开提供根据二十九实施例到第三十八实施例中的任一项的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硅。

[0140] 在第四十实施例中,本公开提供根据三十九实施例的方法,其中所述短氧化铝基无机氧化物纤维还包含氧化硼。

[0141] 在第四十一实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十实施例中的任一项的方法,该方法还包括在将所述聚酰胺与所述短氧化铝基无机氧化物纤维混合后至少部分地交联所述聚酰胺。

[0142] 在第四十二实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十一实施例中的任一项的方法,其中所述聚酰胺具有小于160℃的熔点。

[0143] 在第四十三实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十二实施例中的任一项的方法,其中所述聚酰胺包含脂族聚酰胺。

[0144] 在第四十四实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十二实施例中的任一项的方法,其中所述聚酰胺具有包含聚硅氧烷链段的主链。

[0145] 在第四十五实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十四实施例中的任一项的方法,其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的0.1%至6%。

[0146] 在第四十六实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十五实施例中的任一项的方法,其中所述聚酰胺占所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维的总重量的1%至4%。

[0147] 在第四十七实施例中,本公开提供根据第二十九实施例到第四十六实施例中的任一项的方法,其中所述上胶的短氧化铝基无机氧化物纤维具有至少25毫米的长度。

[0148] 通过以下非限制性实例进一步说明本发明的目的和优点,但这些实例中所述的具体材料及其用量,以及其它条件和细节不应视为对本发明进行不当限定。

[0149] 实例

[0150] 除非另外指明,否则在实例及本说明书的其余部分中的所有份数、百分数、比率等均为以重量计。用在实例中的材料和缩写被列在表格1(如下)中。

[0151] 表1

缩写	说明
ALFIB	3M NEXTEL ROVING 610 无机氧化物纤维粗纱, 主要是 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 可从明尼苏达州圣保罗的 3M 公司 (3M Company, St. Paul, Minnesota) 商购获得。纤维粗纱是 10,000 旦尼尔并且是水上胶的 (上胶 100)。
PA1	ELVAMIDE 8063 尼龙多元聚合物树脂, m.p. = 158°C, 可购自特拉华州威尔明顿的杜邦公司 (E. I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, Delaware)。
PA2	ULTRAMID B24 聚酰胺树脂, m.p. = 220°C, 可从新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫北美公司 (BASF North America, Florham Park, New Jersey) 商购获得。
PA3	ZYTEL101 NC010 聚酰胺 66 树脂, m.p. = 262°C, 可从杜邦公司 (E.I. du Pont de Nemours and Co.) 商购获得。
PA4	BS400N 聚酰胺 6 树脂, 可从新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫北美公司 (BASF North America, Florham Park, New Jersey) 商购获得。
PA5	根据在美国专利 No. 7,947,376 (Sherman 等人) 中的制备实例 1 的

[0152]

[0153]

	方法从聚硅氧烷二胺二胺（14,000 克/摩尔分子量）制备的聚(二有机硅氧烷)-聚乙二酰胺。
PADISP1	PAI 的 GENTON 310 聚酰胺分散体（10 重量%含水分散体），可购自新泽西州布卢姆菲尔德的通用塑料公司（General Plastics Corp., Bloomfield, New Jersey）。
PADISP2	在美国专利 3,377,303（Peerman 等人）中描述的聚酰胺树脂的含水分散体，在该专利中的实例 1，第 10 号，m.p. = 141°C。所得的聚酰胺使用溶剂反转工艺被分散在水中。合适溶剂反转工艺的典型示例可见于美国专利 5,319,019（Nothnagel）。所产生的含水分散体的固含量用去离子水调节为 10 重量%。
PUDISP	聚氨酯分散体（25 重量%固含物）如下所述制备。可从宾夕法尼亚州匹兹堡市拜耳材料科技有限责任公司（Bayer Material Science LLC, Pittsburgh, Pennsylvania）商购获得的 ARCOL POLYOL PPG 2000（0.003 当量）、可购自拜耳材料科技有限责任公司（Bayer Material Science LLC）的 ARCOL POLYOL PPG 1025（0.020 当量）以及二羟甲基丙酸（0.024 当量，可购自印第安纳州拉斐特的 GEO 特殊化学品（GEO Specialty Chemicals, Lafayette, Indiana））的混合物在带有二月桂酸二丁基锡催化剂（0.1 重量%）的 2-丁酮（70% 固含物）中用 80 重量%的 H12MDI（0.069 当量二异氰酸酯，双（4-异氰酸根环己基）甲烷）溶液逐步处理，该甲烷溶液作为 2-丁酮溶剂中 80 重量%的固含物溶液可从宾夕法尼亚州匹兹堡市的拜耳材料科技有限责任公司（Bayer Material Science LLC, Pittsburgh, Pennsylvania）商购获得。该混合物在 102°C 被搅动 3-4 小时。所得的预聚物溶液被冷却到 79°C 并接着被逐步添加到三乙胺（0.009 当量）和乙二胺（0.017 当量）的稀释水性溶液中。该混合物以高速搅拌被搅动 1 小时，接着在降低的压力下被汽提（stripped）以产生 25 重量%固含物的含水聚氨酯分散体。
SCA1	SILQUEST A-LINK 25 硅烷偶联剂（异氰酸酯官能化的），可从俄亥俄州哥伦布市的迈图特种化学品公司（Momentive Specialty Chemicals Inc., Columbus, Ohio）商购获得。

[0154]	SCA2	SILQUEST A-1100 硅烷偶联剂（氨基官能化的），可从迈图特种化学品公司（Momentive Specialty Chemicals Inc.）商购获得。
	SCA3	SILQUEST A-187 硅烷偶联剂（环氧树脂官能化的），可从迈图特种化学品公司（Momentive Specialty Chemicals Inc.）商购获得。
	SCA4	COATOSIL 1770 硅烷偶联剂（脂环族环氧树脂官能化的），可从迈图特种化学品公司（Momentive Specialty Chemicals Inc.）商购获得。
	WA	Q2-5211 超湿剂（低分子量硅氧烷聚醚），可从密歇根州米德兰的道康宁公司（Dow Corning, Midland, Michigan）商购获得。

[0155] 测试方法

[0156] 拉伸特性

[0157] 拉伸特性根据ASTM D638-10“Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics(塑料拉伸特性的标准测试方法)”来确定。

[0158] 挠曲特性

[0159] 挠曲特性根据ASTM D790-10“Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials(非增强塑料和增强塑料与电绝缘材料的挠曲特性的标准测试方法)”（程序A）来确定。

[0160] 复合材料制备和SEM成像

[0161] ALFIB连续粗纱被浸涂在上胶液体中，并且过量的涂层通过在推进纤维时紧缩两个手指之间的材料被去除。水分从浸没在以大约121℃运行的强制通风烘箱中的仍然润湿粗纱中被驱除；典型的干燥时间是至少20分钟，但是不超过三个小时。

[0162] 以上述方式制备的涂覆纤维束然后准备进行配混。为了方便，用剪刀切割成范围大约10mm到100mm的条带用于进料到布拉本德碗加热混合器中。首先将六十克的基体聚合物添加到该混合器中。混合温度根据基体树脂来设定；通常，该混合器的设定点被设定为大约10℃到50℃，高于充当宿主树脂的聚合物的熔点。然后将五克的预切割涂覆束引入碗中，其历时大约一分钟。混合时间是大约几分钟。

[0163] 在完成该混合过程后，熔融混合物从混合室中快速取出并允许冷却。该材料现准备好供SEM成像的样品制备。

[0164] 已被冷却到室温的来自布拉本德混合器的样品用一对钳子夹住。第二对钳子用于与第一对钳子同时在不同位置抓取该样品。其中一对钳子相对于其搭档被迫移动，并且该样品断裂为至少两片。接着其中一片的断裂面被检查是否适合用于成像。然后合适的片被安装到与PhenomWorld FEI电子显微镜（俄勒冈州比弗顿的PHENOM-WORLD NA公司（PHENOM-WORLD NA, Inc, Beaverton, Oregon））兼容的样品夹持器中。对该断裂面的无机氧化物纤维数量进行测定，并且在适当时拍摄扫描电子显微镜（SEM）图像。

[0165] 复胶树脂的适用性通过SEM检查断裂面中的界面粘合度来确定。对于合适的复胶

树脂,围绕氧化铝纤维的聚合物基体的至少一部分在断裂后保持粘附到该纤维表面。对于不合适的复胶树脂,该纤维表面是裸露的,不含聚合物基体。

[0166] 复合材料制备和物理特性的测量

[0167] ALFIB连续粗纱被进料到辊涂工位中并用上胶液体涂覆。通过将润湿粗纱在温度设定于125-185℃之间的一组两个直径为18.4的热罐上在多通道中进料,从该粗纱中驱除水分。在从热罐区域排出后,该粗纱被水平旋拧同时仍然保持暖和并被保存用于后续的加工。

[0168] 在配混之前,该粗纱被引入旋转切碎机中,根据斩刀间距,该旋转切碎机设定为输送长度范围3mm到15mm的涂覆纤维束段。

[0169] 短切的纤维束与基体树脂的球剂一起被添加到L/D为40的贝尔斯托夫共旋转双螺杆挤出机的进料口中。挤出机中的熔体温度被设定为245℃。熔融共混物穿过挤出机并穿过线材冲模,混合物在该线材冲模被冷却并被浸没在水浴中用于另外的冷却。在离开水浴时,线材使用旋转刀被短切为约4mm的长度的球剂,并被收集用于进一步加工。

[0170] 球剂随后被进料到俄亥俄州辛辛那提的辛辛那提米拉克龙公司(Cincinnati Milacron,Cincinnati,Ohio)的注塑机中并被模塑为符合ASTM D3641-12“Standard Practice for Injection Molding Test Specimens of Thermoplastic Molding and Extrusion Materials(用于热塑性注塑成型试样和挤出材料的标准操作)”的样品,用于根据ASTM D638-10“Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics(塑料拉伸特性的标准测试方法)”测试拉伸特性和根据ASTM D790-10“Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials(未增强和增强塑料以及电绝缘材料的挠曲特性的标准测试方法)”测试挠曲模量,其中该注塑机运行在235-241℃的温度和3.4兆帕(MPa)的模制压力以及4.1MPa的初始填料压力(最后压力是化合物因变量)下。

[0171] 比较例A

[0172] PA2的试样根据在复合材料制备和物理特性的测量中的程序来制备和测试,除了没有添加纤维到化合物中。结果报告于表2中。

[0173] 比较例B

[0174] NEXTEL 610的水上胶的粗纱在烘箱(在121℃持续30分钟)中干燥。纤维束被进料到旋转切碎机中。纤维束解体,并且各个10,000旦尼尔纤维被隔离,导致类似于棉花球的物理形式。这种材料不能被进料到挤出机中。

[0175] 比较例C

[0176] 基于PA2的复合材料的试样根据在复合材料制备和物理特性的测量以及复合材料制备和SEM成像中的程序来制备。

[0177] 在该实例中,上胶液体是带有10%总固含量的含水混合物,其制备如下:36克的PUDISP被添加到72克的蒸馏水中;在搅动后,0.5克的WA、1.0克的SCA2和0.5克的SCA3依次被添加。这种分散体被用作同一天制备纤维的上胶,并且该纤维如上所述被涂覆并干燥。这种材料被复合和模制以制备用于物理特性测试和SEM成像检测的样品,如图3所示。

[0178] 表格2(如下)列出比较例A和C以及实例1的物理特性。

[0179] 表2

[0180]

实例	拉伸强度,MPa	伸长,断裂应变%	挠曲模量,GPa
比较例A	68.4	不适用	2.3
比较例C	185.9	2.37%	11.6
1	200.5	2.87%	11.1

[0181] 实例1

[0182] 基于PA2的复合材料的试样根据在复合材料制备和物理特性的测量以及复合材料制备和SEM成像中概述的程序来制备。

[0183] 在该实例中,上胶液体是带有10%重量总固含量的含水混合物,其制备如下:200克的PADISP1被添加0.2克的SCA1以及1.8克的蒸馏水。这种分散体被用作同一天制备纤维的上胶,并且该纤维如上所述被涂覆并干燥。

[0184] 这种材料被复合和模制以制备用于物理特性测试和SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图4中示出。

[0185] 实例2

[0186] 基于PA3的复合材料的试样根据在复合材料制备和SEM成像中概述的程序来制备。在该实例中,上胶液体是带有10%重量总固含量的含水混合物,其制备如下。

[0187] 200克的PADISP1被添加0.2克的SCA1以及1.8克的蒸馏水。这种分散体被用作同一天制备纤维的上胶,并且该纤维如上所述被涂覆并被干燥。

[0188] 该材料被复合并被用于制备供SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图5中示出。

[0189] 实例3

[0190] 基于PA2的复合材料的试样根据在复合材料制备和SEM成像中概述的程序来制备。在该实例中,上胶液体是PADISP1,其照原样使用。该纤维如上所述被涂覆和干燥。该材料被复合并模制以制备供SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图6中示出。

[0191] 实例4

[0192] 基于PA2的复合材料的试样根据在复合材料制备和SEM成像中概述的程序来制备。在该实例中,上胶液体是带有10%重量总固含量的含水混合物,其制备如下:200克的PADISP2被添加0.2克的SCA1以及1.8克的蒸馏水。这种分散体被用作同一天制备纤维的上胶,并且该纤维如上所述被涂覆并干燥。该材料被复合并模制以制备供SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图7中示出。

[0193] 实例5

[0194] 基于PA2的复合材料的试样根据在复合材料制备和SEM成像中概述的程序来制备。在该实例中,上胶液体是带有10%总固含量的含水混合物,其制备如下:200克的PADISP1被添加0.2克的SCA4以及1.8克的蒸馏水。这种分散体被用作同一天制备纤维的上胶,并且该纤维如上所述被涂覆并干燥。该材料被复合并模制用于制备供SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图8中示出。

[0195] 实例6

[0196] PA5(5克)和900mL的甲苯被遗留在玻璃容器中48小时,在此期间它们偶尔混合。在48小时结束时,获得粘性、透明和均一化的PA5/甲苯混合物,该混合物被用作上胶液体。

[0197] ALFIB连续粗纱(除了使用4,500旦尼尔纤维代替10,000旦尼尔纤维以外)被浸涂在该上胶液体中,并且过量的涂层通过在推进该纤维时紧缩两个手指之间的材料来去除。涂覆后的纤维在运行温度为25℃的实验罩中被干燥24小时。基于未上胶纤维和上胶以及干燥纤维的重量计,确定该上胶纤维包含11.9重量%的复胶树脂和88.1重量%的氧化铝基无机氧化物纤维。

[0198] 以上述方式制备的涂覆纤维束然后准备进行配混。为了方便,用剪刀切割成范围10mm到100mm的条带用于进料到布拉本德碗加热混合器中。PA4的样品在空气环境下在90℃的烘箱中被干燥24小时。六十克的干燥PA4首先被添加到该混合器中。混合温度被设定为270℃。然后五克的预切割涂覆束被引入碗中历时大约一分钟。混合时间是大约几分钟。

[0199] 在完成该混合过程后,熔融混合物从混合室中快速取出并允许冷却。该材料现在准备好用于根据在本文上述复合材料制备和SEM成像程序中描述的方法进行用于SEM成像的样品制备。该材料被复合并模制以制备供SEM成像检测的样品。显示试样的断裂面的SEM图像在图9中示出。

[0200] 在不脱离本发明的实质和范围的情况下,本领域普通技术人员可以实践本公开的其他修改和变型,本公开的实质和范围在所附的权利要求书中有更具体地示出。应当理解,多种实施例的方面可以整体地或部分地与多种实施例的其他方面互换或合并。以上获得专利证书的专利申请中所有引用的参考文献、专利或专利申请的全文通过一致的方式以引用方式并入本文中。在并入的参考文献部分与本专利申请之间存在不一致或矛盾的情况下,应以前述说明中的信息为准。为了使本领域的普通技术人员能够实践受权利要求书保护的本公开而给定的前述说明不应理解为是对本公开的范围的限制,本发明的范围由权利要求书及其所有等同形式所限定。

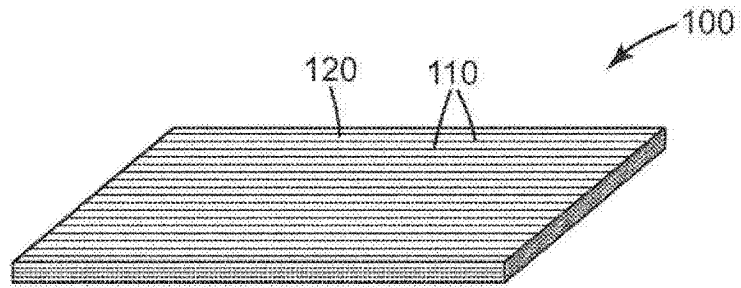


图1

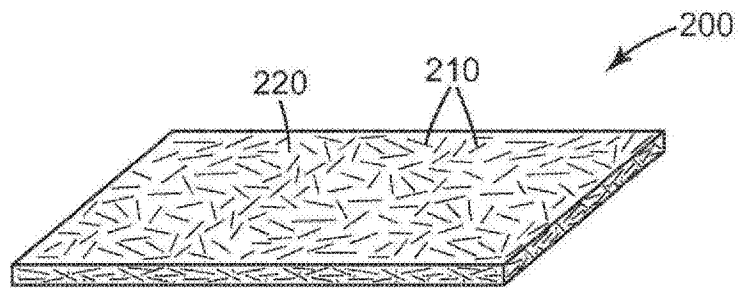


图2

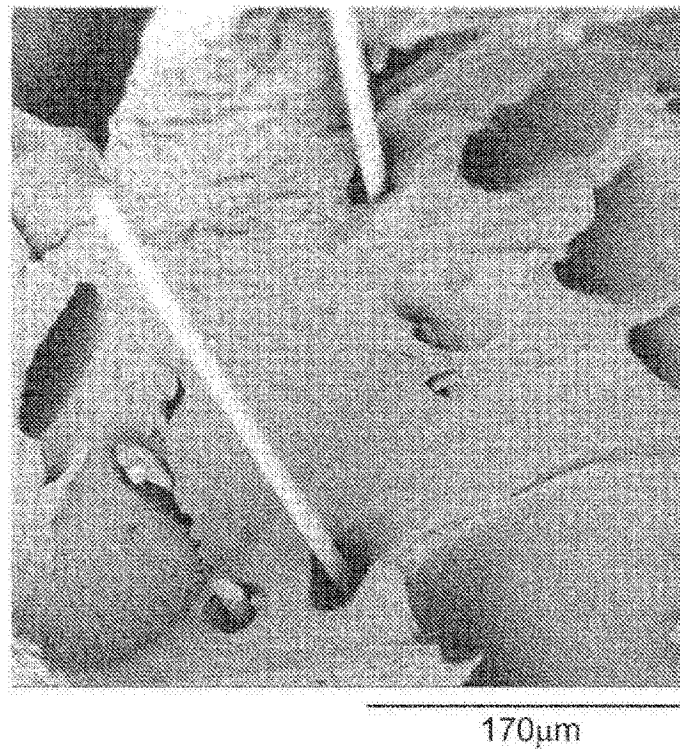


图3

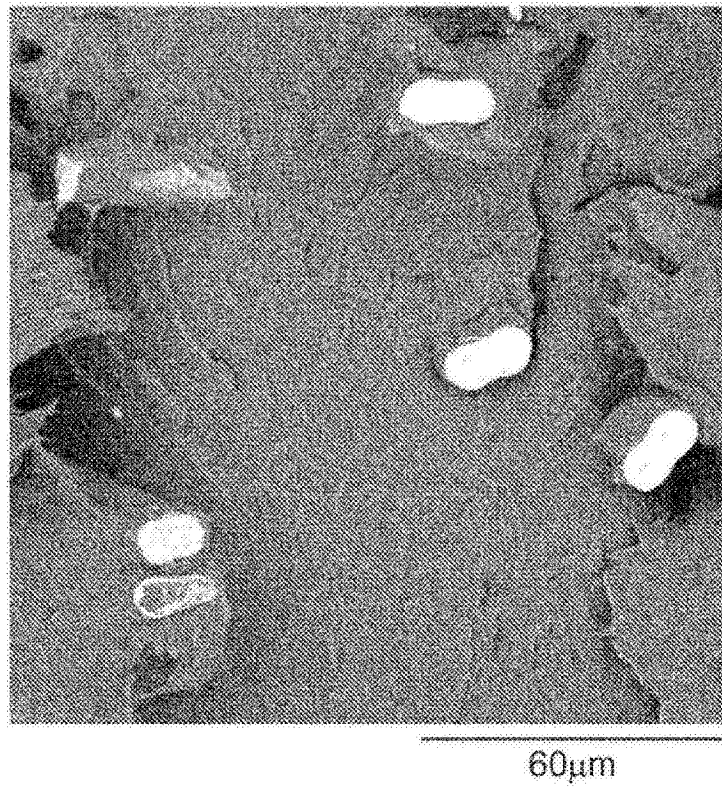


图4

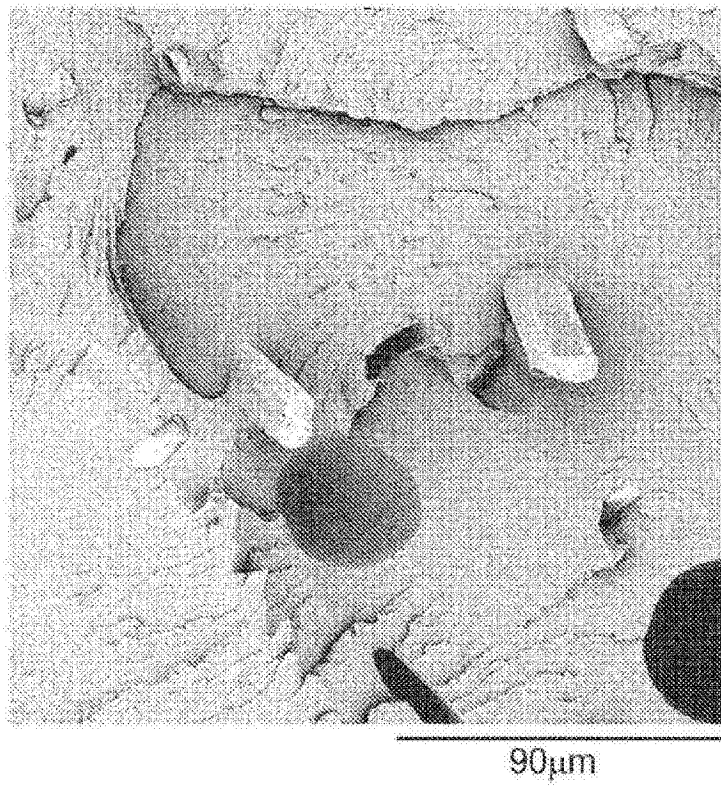


图5

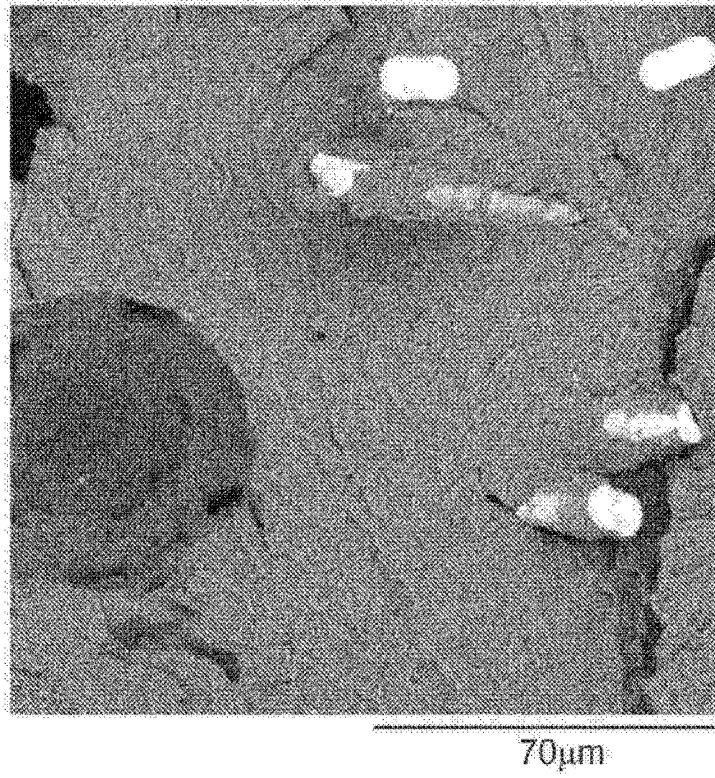


图6

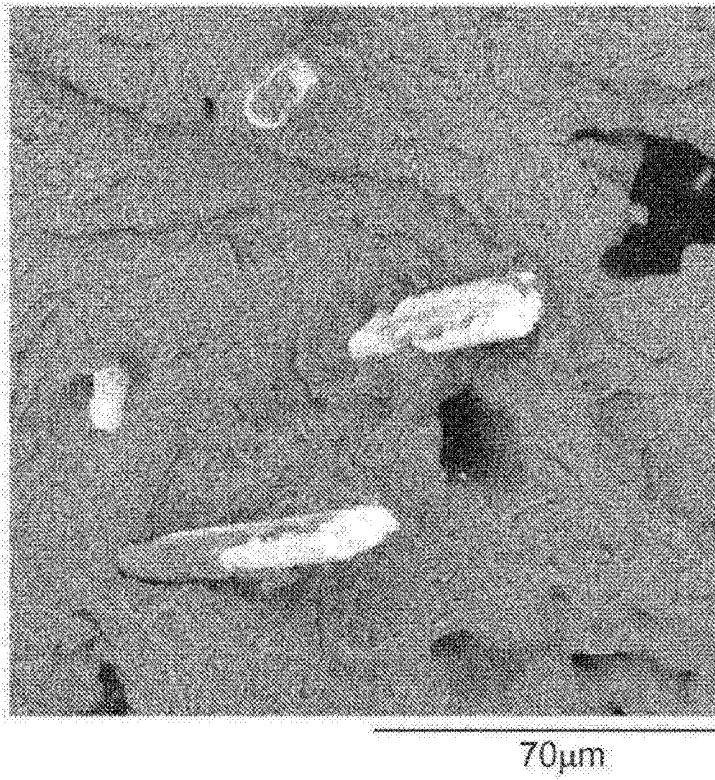


图7

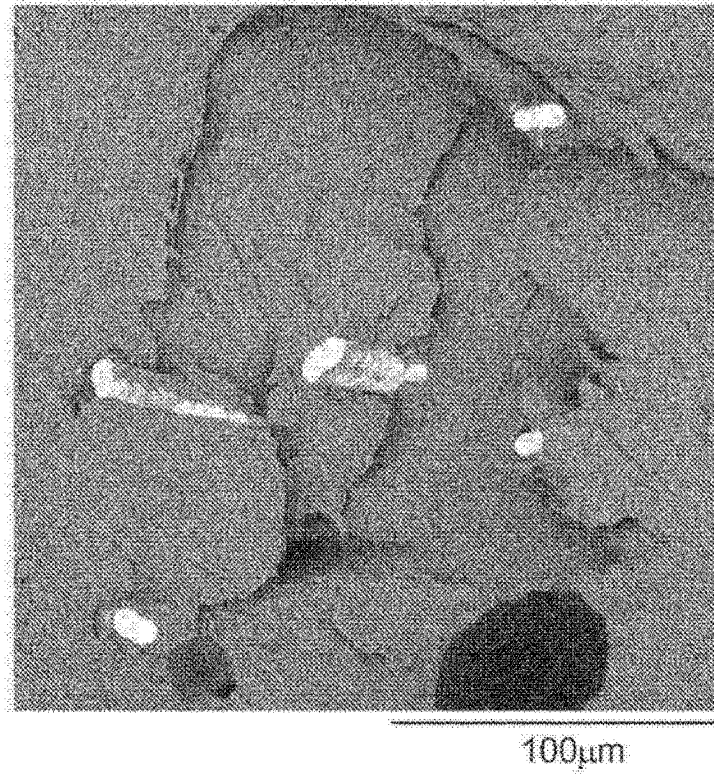


图8

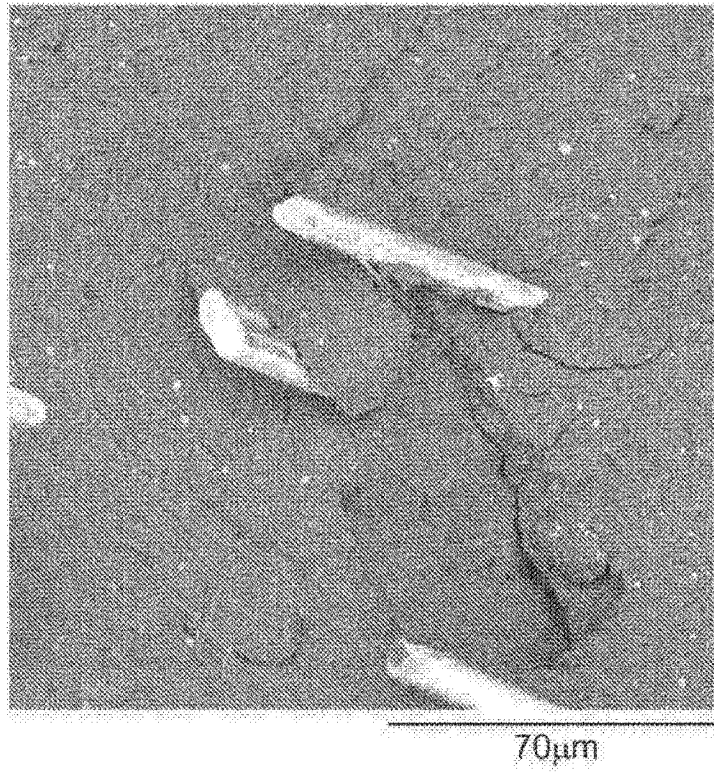


图9