

树脂对纤维浸润性能的检测方法探讨

唐琴琼¹, 王康建², 刘才容², 徐鹏¹

(1. 四川航天拓鑫玄武岩实业有限公司, 四川 成都 610010;

2. 四川省纤维检验局, 四川 成都 610015)

摘要: 复合材料的性能由增强纤维与树脂基体共同作用而显现, 测定树脂对纤维浸润性能非常重要。介绍了树脂对单纤维、浸润剂膜和纤维集合体的浸润性测试方法, 并对不同的方法进行了比较、分析。

关键词: 浸润性; 检测方法; 纤维; 树脂

中图分类号: TS190.92

文献标识码: A

文章编号: 1673-0356(2015)03-0067-03

复合材料的性能由纤维与基体共同作用而显现。要获得高质量的复合材料界面, 进而制备高品质的复合材料, 树脂与纤维增强体之间就必须有良好的浸润。树脂迅速、均匀地浸入并湿润纤维不仅能使纤维增强塑性具有良好的性能和外观, 而且能提高生产效率, 降低生产成本。因此, 测定树脂对纤维浸润性能就非常重要。

1 单纤维浸润性测试

单纤维在树脂液中的浸润性测量是研究树脂对纤维集合体作用的基础。纤维接触角反映了纤维被树脂浸润的难易程度, 是描述单根纤维润湿能力或润湿程度的一个重要参数。接触角的测试方法很多, 按直接测试物理量来分, 有直接测角法和间接测角法; 按测试达到平衡所需的时间来分, 有静态接触角法和动态接触角法; 基于受力分析分类, 有静滴法、插入法等。常见的测试方法原理和特点见表1。

除表1中列出的常用方法外, 还有液膜法、沉浮法等, 但应用不及以上三种方法普遍。表面能也可以表征纤维表面性质, 被一些研究者所采用, 但它不能直接表现纤维和树脂二者间的关系, 应用相对较少。肖红等^[1]还研发了一种新的判定纤维浸润性能方法, 将纤维以水平状态等速浸入液体, 记录纤维浸润过程, 提取其初始接触液体和完全被液体浸润时的力值变化, 判定液体对纤维的可浸润性, 该方法能够用于比重较轻、细度偏细、浸润性差的纤维的浸润性测试, 很有特色。单纤维浸润性能测试是研究液体对纤维集合体作用的基础, 具有重要的学术意义, 有大量的科研人

员^[2-5]选用这类方法开展工作。但是这类方法不能直观反映纤维在实际使用过程中, 受到各种复杂外界条件影响后的被浸润难易程度, 也不能用于表征一批产品的品质, 具有一定的局限性。

表1 常见接触角测试方法及特点

方法	原理	特点
动态威廉法	当固体部分插入液体时, 液体会沿着固体的垂直壁上	由于需要将纤维垂直浸入液体中, 此法比较适合于易浸润、刚性大、密度较液体重的粗长纤维。
静滴法	通过微量进样器将小液滴直接滴在纤维上, 测量接触角。	测试结果与接触点的表面形状关系密切, 重现性差。对于接触角大于90°的单纤维, 很难形成液滴稳定地处于单纤维上方, 测量困难。
插入法	通过观察浸入液体中的直立纤维, 当液面和纤维接触的一面成水平时, 测量另一液面和纤维的夹角。	液面是复杂曲面, 接触点会随着插入纤维的转动而发生移动。实验条件要求严格, 测试结果为平均值。

2 浸润剂膜的浸润性测试

为了促进树脂对纤维的润湿和粘附, 减少生产和使用过程中纤维间的摩擦, 避免强度损失, 常用浸润剂对纤维表面进行处理。树脂对纤维的浸渍, 实际上是树脂对浸润剂膜的浸渍。研究树脂在浸润剂膜表面的浸渍行为对浸润剂的开发和应用具有指导意义。徐丽薇等^[6]选用玻璃表面代替裸纤维表面, 在玻璃表面涂覆浸润剂, 研究了树脂对碳纤维的浸润性。具体实验为, 将浸润剂均匀涂覆在玻璃板表面, 置于烘箱内烘干成膜。取一定量树脂, 在水浴锅中加热, 将一块普通玻璃板放在水浴锅的另一个孔上, 调好水平后, 在玻璃板上放好事先画好的靶环, 再将表面有浸润剂膜的玻璃板放在靶环上(有浸润剂的一面朝上)待温度稳定后, 恒温半小时, 用注射器抽取一定量的树脂, 将树脂注射

在靶环圆心处,录下铺展的全过程。这种方法不能直接表征树脂对纤维的浸渍性能,既不能用于纤维品质的控制,也不能用于指导复合材料生产,具有很大的局限性。

3 树脂对纤维集合体的浸润性测试

纤维往往以一束纱线或织物的方式应用到复合材料生产中,测试树脂对纤维集合体的浸润性,对纤维及复合材料的开发和生产具有重要意义。

哈尔滨工业大学初琪等^[7]通过测试一束纤维在一定时间内吸附树脂的质量来表征纤维对树脂的浸透性。制样时,将一定根数的纤维置于塑料管内,使纤维在塑料管前端露出4 mm长,并浸入到树脂液中,设定吸附时间为10 min。测量结果为不同浸润剂处理的纤维在相同时间内吸附树脂的质量。这种方法不仅反应了纤维的表面性能,而且考虑了毛细压力在实际生产中的影响,更贴近生产实际。Krishnam Pillai、张佐光等^[8-11]也采取了类似方法,测量了纤维在垂直、水平两个方向上的浸润特性。

“靶环法”^[12]是一种利用试样被树脂完全浸透所需时间来评价浸透速度的方法,用于测定玻璃纤维原丝毡片、机织物等产品的浸润性,得到了广泛应用。其测试原理是,当一定量的树脂注入试样后,玻璃纤维试样在被树脂浸润后由白色变为无色透明,测定从树脂注入到试样变得完全透明所需时间,即得到树脂浸透速率。一般情况下,该方法只适用于毡和布,不适用于疏松组织的织物。刘长莉等^[13]采用排线机制作纱线试样,通过控制张力、调节排线机的排线密度,使纱线排列均匀、整齐,有一定的致密性,不同支数的玻璃纤维原丝(或无捻粗纱)绕制成的试样具有同样的规格,都可以采用靶环法比较其浸润性,扩展了靶环法的测试范围。肖红波等^[14]采用摄像头拍摄树脂浸润纤维试样过程,再在采集的影音文件中,利用图像处理软件抓取图像、采集数据,该方法不仅能测试树脂对纤维布的浸润时间,而且能得到树脂在纤维布上的流动规律,对复合材料生产具有指导意义,进一步拓展了靶环法的测试功能。

树脂浸润法直观快捷、贴近生产实际,缺点是测试过程中树脂溶剂挥发快、人员观察主观性强,针对这个问题,邹新娥等^[15]设计了一种自动装置,利用红外光源发射探头对纤维织物的浸润过程进行全程透射测试,快速比较不同玻璃纤维布浸润性优劣。这种方法采用相对密封条件避免测试用树脂中溶剂的挥发,玻璃槽中可以同时测试多个样品,便于比较不同样品的浸润性优劣。采用计算机自动化控制,人为干扰因素

少,准确性高,测试结果稳定。特别是很薄的玻纤布,浸润时间短,人员误差大,采用这种方法时,红外接收探头能够探测到人眼无法探测到的细微能量波动,结果更准确。

另外,显微镜抓图法^[16]是采用电子显微镜定时拍摄玻纤布被树脂浸润的过程,用浸润相同时间玻纤布中的白纹多少来比较玻纤布浸润性的好坏。下沉法^[17]是在托盘中盛入一定粘度的树脂,然后将一定尺寸的试样平放于树脂液面,记录其下沉时间。

以上方法中,凡是利用玻璃纤维制品被树脂浸渍后变透明的特性来进行测试的,都只适用于测试玻璃纤维制品,测试玄武岩纤维、碳纤维等深色增强纤维有困难。

4 结语

(1)单纤维浸润性测试方法以纤维接触角的测试为主,方法精确严谨,受到了广大科研人员的认可,并根据需要开发出了一系列测试方法,具有重要的学术意义,但这类测试方法不能直接用于生产实践,具有一定的局限性。

(2)利用玻璃板制备浸润剂膜,测试树脂在浸润剂膜上的浸润性能,对浸润剂的开发和应用具有指导意义,但不能用于纤维和复合材料生产质量的控制。

(3)树脂对纤维集合体的浸润性测试,反应实际应用中各种复杂条件下树脂对纤维的浸润性能优劣,在指导复合材料生产和纤维品质控制方面起着重要作用。学者和研发人员设计了很多方法来实现对生产的模拟测试,但很多方法基于玻璃纤维被树脂浸渍后变透明的特性而设计,无法检测碳纤维、玄武岩纤维等有颜色的纤维,还有一些方法在模拟生产方面不够直观和准确,新的测试方法仍然值得继续探索和开发。

目前,各种树脂对纤维的浸渍性测试方法各有千秋,科研工作者和生产人员应根据需要灵活选用,以满足科研、生产的不同需要。开发新的测试方法,满足不同纤维、不同应用场合、不同测试目的的需要,具有重要意义。

参考文献:

- [1] 肖红,施楣梧,于伟东.基于力分析的纤维浸润性能测试方法[J].材料科学与工艺,2007,15(6):851-857.
- [2] 邓锐,李敏,张佐光,等.接触角法测玄武岩及玻璃纤维表面能实验[J].北京航空航天大学学报,2007,33(11):1349-1352.
- [3] 孙静.玻璃纤维与树脂的浸润性研究[D].重庆:重庆理工大学,2011.

- [4] 王海军, 赵庭山, 石宝, 等. 聚酯纤维的附生结晶法改善纤维的表面浸润性[J]. 高分子材料科学与工程, 2012, 28(10): 39-42.
- [5] 崔荣庆, 谌磊, 李春红, 等. 电化学氧化处理对 PAN 基碳纤维表面浸润性的影响[J]. 材料导报, 2012, 26(1): 40-43.
- [6] 徐丽薇, 黄玉东, 宋元军, 等. 树脂在碳纤维表面铺展行为分析研究[J]. 化学与黏合, 2011, 33(5): 1-3.
- [7] 初琪. 玄武岩连续纤维浸润剂研制及其对纤维性能的影响[D]. 黑龙江: 哈尔滨工业大学, 2010.
- [8] Krishna M P, Suresh G A. Wicking a crossa fiber bank[J]. Colloids and Inter face Seience, 1996, 183: 100-110.
- [9] 李敏. 单向纤维集束的环氧树脂浸润曲线实验分析[A]. 第十三届全国复合材料学术会议论文集[C]. 北京: 航空工业出版社, 2004.
- [10] 张佐光, 李敏, 孙志杰, 等. 单向纤维集束的树脂浸润影响因素[J]. 北京航空航天大学学报, 2004, (10): 934-938.
- [11] 张佐光. 一种复合材料增强体浸润特性的测试方法及测试仪器: 中国, CN200410096187.6[P]. 2014-10-09.
- [12] GB/T 17470-2007, 玻璃纤维短切原丝毡和连续原丝毡[S].
- [13] 刘长莉, 俞长根. 树脂对玻璃纤维原丝及无捻粗纱浸渍时间的测定[J]. 玻璃钢/复合材料, 1985, (5): 9-10.
- [14] 肖红波. 树脂表面张力及粘度对浸润速率的影响研究[D]. 武汉: 武汉理工大学, 2006.
- [15] 邹新娥. 覆铜板用电子级玻纤布浸润性测试方法的研究[J]. 印制电路信息, 2013, (9): 16-19.
- [16] 黄海林, 黄伟壮, 张博. 玻纤布浸润性测试方法研究[A]. 第十二届中国覆铜板技术·市场研讨会论文集[C]. 北京: 中国电子材料行业协会, 2012.
- [17] 王健忠. 玻纤布浸润性测试方法的研究[A]. 第四届中国覆铜板技术. 市场研讨会论文集[C]. 北京: 中国电子材料行业协会, 2003.

Study on the Testing Method of Fiber's Resin-impregnation

TANG Qin-qiong¹, WANG Kang-jian², LIU Cai-rong², XU Peng¹

(1. Sichuan Aerospace Tuoxin Basalt Industrial Co., Ltd., Chengdu 610010, China;

2. Sichuan Fiber Inspection Bureau, Chengdu 610015, China)

Abstract: The properties of composites were common effected on the fiber and resin. The determination of the resin-impregnation of fiber was very important. The resin-impregnation test methods for single fiber, coating layer and fiber assemblies were introduced, and the different methods were compared.

Key words: impregnation; test method; fiber; resin

新一代消防员灭火防护服, 更轻更透“汽”

消防员灭火防护服是消防员在灭火作业时必须穿着的基本防护装备, 能在高温危险环境中起到隔热阻燃作用, 保障消防员生命安全。按照 GA621-1013《消防员个人防护装备配备标准》的要求, 我国消防员灭火防护服按每人 2 套的数量配备。新中国成立以来, 我国消防员灭火防护服经历了 3 次更新换代式发展, 从第一代不阻燃的单层结构到第二代阻燃型单层结构, 再到目前使用的第三代的 4 层材料组合阻燃隔热结构。第三代消防员防护服采用 4 层材料组合结构, 相对较为厚重, 阻碍了消防员体内代谢热的散失, 在灭火作业中会导致消防员脱水、中暑甚至热休克。尤其是在南方炎热的夏季, 这种现象更为突出, 已成为威胁消防员安全和健康的重要问题。

由公安部上海消防研究所承担的公安部技术研项目《新一代轻质高效消防员灭火防护服研制》于 2014 年 12 月取得突破性研究成果。该项目研制的新一代消防员灭火防护服针对新时期灭火防护的要求,

从“以人为本”理念出发, 针对如何保证消防员防护服重量轻、吸水少, 提高穿着散热性和舒适性等问题, 将不同层次的材料(防水透气层和隔热层)复合在一起形成单层材料层, 降低重量和吸水效果, 进一步研制出具有 3 层结构的新一代消防员灭火防护服。

该成果采用多层复合技术及点胶技术, 研制了新型隔热层材料, 能够替代以往的隔热层和防水透气层, 使灭火防护服吸水更少, 降低了吸水后灭火防护服的重量, 减轻了消防员的热应激反应。新型灭火防护服符合 GA10-2014《消防员灭火防护服》标准要求, 干燥条件下重量减少 7.1% 至 18.7%, 饱和吸水后, 重量降低 50%。同时, 新型隔热材料吸水率降低 200%, 透“汽”散热性能提高了 22.8%。能够进一步保证消防员职业安全和健康, 促进战斗力的提升。

据了解, 下一步, 项目组将重点在提高防护装备舒适性方面进行突破。

(来源: 中国纺织报)