

预聚工艺对 3233 树脂基复合材料性能的影响

Influence of Pre-polymerizing Process on Properties of 3233 Resin Matrix Composites

乌云其其格 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

WUYUN Qi-qi-ge (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 介绍了 3233 树脂体系用预聚体的批次稳定性, 对比了小批量和放大合成预聚体所制备的复合材料性能。

关键词: 预聚体; 粘度; 预浸料; 复合材料

中图分类号: TB332 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2002) 05-0040-02

Abstract: The batch stability of the pre-polymer for 3233 resin system was reported in this paper. The comparison between the properties of composites fabricated from large-scale produced pre-polymer and small-scale synthesized one was also given.

Key words: pre-polymer; viscosity; prepreg; composite

3233 树脂是一种具有自熄阻燃特性的改性环氧树脂体系^[1]。它具有优良的抗冲击性及耐湿热老化性能; 其操作及成形条件适应性宽; 固化温度范围为 100 ~ 135 , 属于中温固化树脂体系^[2,3]; 使用温度范围为 -55 ~ 80 。尤其适用于制造剥离性能及抗冲击性能要求较高的蜂窝夹层结构和韧性及疲劳性能要求较高的复合材料结构件。

3233 树脂体系所采用的预聚体是树脂体系的主要组份之一。其工艺稳定性决定 3233 树脂体系的工艺性能及其复合材料性能。因此合成批次稳定性较好的预聚体是控制树脂质量的重要环节^[4]。树脂体系的主要工艺性之一是树脂体系的粘性, 树脂体系的粘性跟预聚体的分子量有关。因此, 用粘度来控制预聚体的质量, 从而保证树脂体系的工艺稳定性。

本文对三口烧瓶及大反应釜合成的不同批次预聚体的粘度进行了比较; 采用这些预聚体制备预浸料, 用压机模压成形复合材料层压板, 测试其力学性能, 并进行对比。

1 实验部分

1.1 主要原材料

E-51 环氧树脂, 无锡树脂厂生产; E-12 环氧树脂, 无锡树脂厂生产; 固化剂及其它填料: 823 玻璃布, 国外进口。

1.2 层压板的制备

采用模压成形工艺压制板材; 预浸料铺层层数为 18 层; 层压板厚度为 3mm ± 0.1mm; 固化工艺: 以 1 ~ 3 /min 速度升温至 125 ± 5 保温 3h; 起始加压,

压力为 0.5MPa。

1.3 力学性能测试

复合材料弯曲性能、剪切性能、拉伸性能、压缩性能分别按标准 Q/6S1141-94, Q/6S1142-94, Q/6S1138-94, Q/6S1143-94 进行测试。

1.4 测试仪器和制造设备

美国 BROOKFIELD-DIGITAL VISCOMETER (粘度仪), 48in 热熔胶膜机, 48in 热熔预浸机。

1.5 预浸料的制造

用 48in 热熔胶膜预浸机经过树脂制膜与玻璃布复合等工序制成合格的预浸料。预浸料物理性能满足表 1 要求。

表 1 3233 树脂/823 玻璃布预浸料物理性能

Table 1 Physical properties of 3233 resin / 823 glass cloth prepreg

性能	指标	标准
树脂含量/ %	50 ± 3	GB7192- 1987
挥发物含量/ %	0.8	GB6056- 1985
单位面积质量/ g/m ²	400 ± 25	GB7192- 1987
树脂流动度/ %	20 ± 5	DHN1.015- 222

2 结果与讨论

2.1 不同批次预聚体的粘度

采用 3000mL 的三口烧瓶分几合成预聚体。测试其 100 保温 20min 后的粘度值, 结果见表 2, 预聚体的粘度随时间变化见图 1a。由表 3 及图 1 的数据可知, 采用三口烧瓶合成的预聚体的 100 下的粘度值

表 2 不同批次的预聚体的粘度 (温度为 100)

Table 2 Prepolymer viscosity of various batches

批次	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8
粘度/Pa·s	10.52	10.84	11.36	11.88	12.16	12.24	12.36	15.8

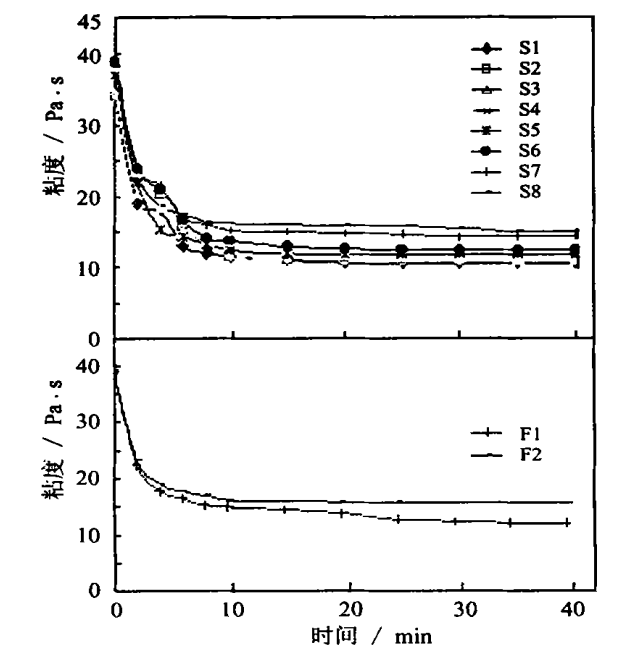


图 1 三口烧瓶合成 (a) 和反应釜合成 (b) 的预聚体粘度-时间曲线 (温度: 100)

Fig.1 viscosity-time curve of prepolymer

(a) synthesized in flask; (b) synthesized in caldron

范围为 10.5~16Pa.s。预聚体的粘度控制的较好,并且使用这些预聚体所制备的预浸料的工艺性能及复合材料性能能够满足工程指标要求。

2.2 放大合成预聚体的粘度

采用 100L 的大反应釜合成预聚体。合成时的升温速度比三口烧瓶合成的慢,保温时间不变。测试其 100 保温 20min 后的粘度值,预聚体的粘度随时间变化见图 1b。由图 2 的数据可知,放大合成的预聚体粘度值分别为 15.6Pa.s 和 12.2 Pa.s。采用大反应釜时,料的量比较大,升温速度比三口烧瓶慢,由于升温时间加长,其粘度值靠近三口烧瓶合成的预聚体粘度范围上限。两次放大合成的预聚体粘度比较接近,并且在三口烧瓶合成的预聚体粘度范围之内。放大合成的稳定性较好,能够满足放大生产的要求。从而保证所制备的预浸料和复合材料的质量。

2.3 放大合成预聚体对复合材料性能影响

用三口烧瓶和 100L 的反应釜合成的预聚体分别配制树脂体系,并用热熔法浸渍 823 玻璃布制成预浸料 SYJT 和 FYJT,其力学性能测试结果见表 3。由表 3 可知,以这两种预聚体为原料,分别得到的树脂基体

所制备的复合材料 SYJT 和 FYJT 力学性能相当,所以放大合成预聚体对复合材料的工艺性能及力学性能没有影响,可以稳定放大量生产。

表 3 3233 树脂体系/823 玻璃布复合材料性能

Table 3 Properties of 3233resin/ 823 glass cloth composite

性能	测试条件	SYJT	FYJT
弯曲强度/MPa	室温	560	582
	80	460	418
	水煮 48h	448	439
弯曲模量/GPa	室温	21.9	22.5
	80	19	18.8
	水煮 48h	19.8	17.7
剪切强度/MPa	室温	21.4	22.2
	80	37	34.6
	水煮 48h	37.1	37.4
拉伸强度/MPa	室温	40	40.2
	80	412	431
	水煮 48h	425	489
拉伸模量/GPa	室温	20.1	20.2
	80	19	18.8
	水煮 48h	19.8	17.7
压缩强度/MPa	室温	378	431
	80	37	34.6
	水煮 48h	37.1	37.4
拉剪强度/MPa	室温	21.2	20.7
	80	37	34.6
	水煮 48h	37.1	37.4

3 结论

(1) 在控制反应条件下,用三口烧瓶合成不同批次的预聚体的粘度变动范围为 10.5~16Pa.s,性能比较稳定。

(2) 采用 100L 反应釜放大合成的预聚体粘度在三口烧瓶合成的预聚体粘度范围之内。工艺稳定性较好。

(3) 三口烧瓶和大反应釜合成的预聚体所制备的复合材料力学性能相当,能满足放大生产的要求。

参考文献

[1] 柳原一,エポキシ脂の燃化[J],接着,2000.44(5):201.

[2] 王仲群,宁荣昌等,中温固化树脂基体的研究[J],纤维复合材料,1997(1):7.

[3] 李志君,中温固化树脂基体的研究[J],热固性树脂,1997(1):25.

[4] 张显友,陈平等,环氧树脂预聚物分子量对其固化物性能的影响[J],复合材料学报,1996.13(4):9.

收稿日期: 2001-02-26

作者简介: 乌云其其格 (1970-),女,硕士,工程师,联系地址: 北京市 81 信箱 12 分箱 (邮编 100095)