

热熔法制备大丝束碳纤维预浸料工艺研究

Study on the Manufacture Technology of Large Tow Carbon Fiber Prepreg with Hot-melt Method

刘宝锋, 李佩兰 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

LIU Bao-feng, LI Pei-lan (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 简要介绍了热熔法制备大丝束碳纤维 (60K) 预浸料的工艺过程, 并着重对影响预浸料质量的几个主要因素进行了讨论, 结果表明, 严格控制预浸温度、纤维张力、预浸压力和运行速度等因素是保证大丝束碳纤维充分展开和浸润的技术关键。

关键词: 大丝束; 碳纤维; 预浸料; 热熔法

中图分类号: TB332 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381 (2004) 04-0046-03

Abstract: The manufacture process of large tow carbon fibre (60K) prepreg with hot-melt method is briefly introduced in this paper; in addition, several typical factors, which affect the quality of the prepreg, were also discussed in detail. In the end, the conclusion is made that the impregnating temperature, fibre tension, pressure and line speed should be controlled strictly in order to make the 60K carbon fibre spreading and wetted very well.

Key words: large tow; carbon fiber; prepreg; hot-melt

近几年来, 大丝束 (48K 以上) 碳纤维的发展方兴未艾, 由于它具有价格低、来源容易、性能好 (相当于 T300) 等优点, 所以越来越受到各国复合材料研发人员的关注。在国外, 大丝束碳纤维复合材料已大量应用于体育用品、建筑补强、交通运输及风力发电等领域, 而且呈现逐年增加的趋势。目前, 世界各国一般仍采用传统的预浸料的形式成型复合材料构件, 所以, 如何制备外观质量均匀平整的大丝束预浸料就成为摆在从事复合材料研究者面前的首要课题。

针对大丝束碳纤维的自身特点, 它对树脂基体和预浸设备都提出了特殊要求。首先, 它要求所用树脂体系必须粘度适中、流动性好, 以利于大丝束碳纤维的浸润和展开; 另外, 它要求预浸设备应专门配置大丝束碳纤维展开装置, 能够使原来成股的纱束能均匀展开, 直至达到所需宽度。利用热熔法制备大丝束碳纤维预浸料, 首先要制造一定宽度的均匀平整的树脂胶膜, 然后用所制胶膜在一定温度、压力下与一定数量的大丝束碳纤维进行复合预浸, 最终制备出符合要求的大丝束碳纤维预浸料。本研究结合热熔法制备 60K 碳纤维预浸料的工艺过程, 对影响大丝束碳纤维预浸料质量的几个主要因素进行初步探讨。

1 实验部分

1.1 原材料

(1) 增强材料 60K 碳纤维, 德国产。

(2) 树脂基体 BP2003 中温固化环氧树脂体系, 北京航空材料研究院自制。

(3) 主要辅助材料 脱模纸, 纸筒芯等。

1.2 仪器设备

(1) 热熔预浸机 (含胶膜机), 宽 1200mm, 国产。

(2) 电子天平, 感量 0.001g。

(3) 取样板, 尺寸 (100mm×100mm) ±0.1mm。

1.3 大丝束碳纤维预浸料制备

(1) 胶膜的制备 将配制好的 BP2003 树脂基体倒入胶膜机胶槽内, 调整工艺参数, 将树脂转移到脱模纸上, 使所制的胶膜连续、均匀、平整, 单位面积质量为 $37 \text{ g/m}^2 \pm 3 \text{ g/m}^2$ 。胶膜制备的工艺见图 1。

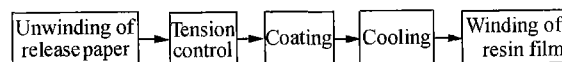


图 1 胶膜机工艺流程图

Fig. 1 Technological process schematic drawing of resin film manufacture

(2) 大丝束预浸料的制备 将足够数量的纱筒置于设备纱架上, 将纤维束从纱筒上引出后, 按一定顺序使纤维束先后经过篦子、打散装置、展平装置、分丝装置、预热平台, 最后进入复合预浸区, 在设定的温度、压力下, 与所制胶膜进行复合预浸, 制得的预浸料最后卷取在纸芯上。大丝束预浸料工艺流程见图 2。

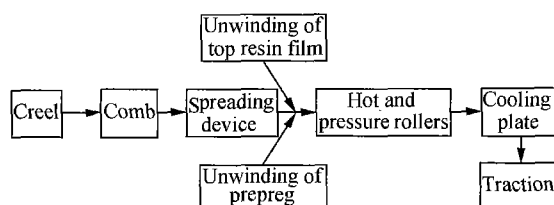


图2 预浸料生产工艺流程图
Fig.2 Technological process schematic drawing of prepreg manufacture

2 结果与讨论

在树脂基体和纤维一定的情况下,制备了 300mm 宽的大丝束碳纤维预浸料,并考查了预浸温度、压力和运行速度对大丝束碳纤维预浸料质量的影响。

(1) 浸渍温度对大丝束碳纤维浸透性的影响

随着浸渍温度升高,胶膜粘度降低,容易渗透到纤维中去,在一定压力下,使预浸料中的树脂分布均匀,从而保证预浸料表面的均匀性。

用 BP2003 胶膜把 60K 碳纤维展平、浸透,制成单位面积质量为 $190\text{g}/\text{m}^2 \pm 10\text{g}/\text{m}^2$ 的预浸料(单位面积纤维质量为 $120\text{g}/\text{m}^2$),必须选择一个最佳的浸渍温度,才能达到上述目的,在其余预浸工艺参数不变的情况下,考查了预浸辊面温度对大丝束碳纤维浸透性和扩展性的影响,结果见表 1。

表 1 温度对预浸料浸透性的影响
Table 1 The effect of temperature on fiber wetting

Temperature of impregnating area/ $^{\circ}\text{C}$	Results
65~68	The fibers are spread well, but they aren't wetted. There are some dry fibers in prepreg.
70~72	The fibers aren't wetted completely. The fibers are spread well, but are not smooth.
74~78	The fibers are wetted very well.
81~87	The fibers are wetted very well. But the fibers on the edge of prepreg are scattered.

由表 1 可见,在试验范围内,纤维的浸透性主要依赖于预浸温度,提高预浸温度,则有利于纤维浸透。但温度过高,又因为树脂流动性太好,会将两端的纤维冲跑,从而造成预浸料中纤维质量分布不均匀,因此,选择一个既能保证浸透性又能保证纤维充分展开的预浸温度是制备预浸料的关键。

(2) 预浸压力对大丝束碳纤维浸透性的影响

在其它参数不变的情况下,压力对预浸料碳纤维浸透性的影响是显而易见的(见表 2)。由表 2 结果可见,在相同温度下,随着预浸辊压力加大,胶膜所受

的剪切力增大,树脂更容易向纤维中渗透扩散,而使树脂均匀分布,表面平整。但是压力过大,容易压伤纤维,同时由于挤压压力过大,促使树脂向辊的两端流失,使两端纤维在流动树脂推动下被冲散,造成树脂含量偏低。

表 2 预浸压力的影响

Table 2 The effect of impregnating pressure

Pressure (Gauge) /MPa	Results
0	The fibers are not wetted, there are some chinks between fibers.
0.1	There are a few chinks between fibers. The fibers are wetted.
0.2~0.3	The fibers are wetted very well.
0.4	The fibers are wetted very well, but the resin content of prepreg in edge area are very low.

(3) 大丝束碳纤维纤维张力对预浸料展开性影响

为了制备出没有缝隙的符合要求的大丝束碳纤维预浸料,碳纤维从篦子引出后,首先要通过展平辊、分丝装置等,使其充分展开至一定宽度。纤维张力太大($>1.5\text{kg}$),纤维束展开不完全,树脂不能扩展到每根纤维丝中,使其完全浸润,导致部分纤维未被树脂完全浸透;纤维张力过小($<0.3\text{kg}$),虽然有利于树脂扩展浸透,但会出现纤维弯曲现象,严重影响预浸料的外观和性能。因此,在制造预浸料的过程中,要及时调整纤维张力(一般在 $0.5\sim 1.5\text{kg}$ 范围内),张力大小的选择原则是既保证大丝束碳纤维展开、拉直,又能保证树脂完全浸透纤维。

(4) 运行速度对预浸料浸透性影响

胶膜运行速度与纤维浸透性的关系实际上即是纤维浸渍接触时间和浸透性的关系。

要使胶膜在一定温度下充分熔融流动,需要足够的时间,另外,随着预浸料单位面积纤维含量和大丝束纤维展开程度的不同,所需要的浸渍时间也各有差异。为此,考查了单位面积质量 $190\text{g}/\text{m}^2$ 的预浸料运行速度对纤维浸透性的影响,结果见表 3。由表 3 可见,在预浸温度、压力不变的情况下,运行速度小,纤维浸透性好;运行速度快,纤维浸透性差,因为速度

表 3 运行速度对纤维浸透性的影响

Table 3 The effect of line speed on fiber wetting

Line speed / ($\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$)	Results
0.8	The fibers are wetted very well.
1.0	The fibers are wetted very well.
2.0	The fibers are not wetted very well.
3.0	There are some dry fibers.

快,树脂与纤维接触时间短,流动树脂未能与纤维充分地接触、浸渍,从而导致浸透性差,因此,纤维运行速度不宜太快,在保证浸透纤维的前提下,才能增加纤维运行速度,提高生产效率。

3 大丝束预浸料典型力学性能

用所制的单位面积纤维质量为 $120\text{g}/\text{m}^2 \pm 5\text{g}/\text{m}^2$ 、树脂含量为 $38\% \pm 3\%$ 的 60K 大丝束碳纤维预浸料通过模压法制备复合材料层压板,固化温度为 $120^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$,固化时间为 1.5h,层压板的纤维体积含量为 $58\% \sim 62\%$ 。其主要力学性能典型值见表 4。

表 4 主要力学性能的典型值
Table 4 Typical mechanical properties

Flexure strength /MPa	Flexure modulus /GPa	Interlaminar shear strength /MPa
1700	117	88.7

4 结论

严格控制预浸温度、纤维张力、预浸压力和运行速度等因素是保证大丝束碳纤维充分展开和浸润的技术关键,从而保证预浸料的外观质量。

参考文献

- [1] 赵稼祥. 大丝束碳纤维的进展 [J]. 高科技纤维与应用, 1999, (24) 6: 32—40.
- [2] 赵稼祥. 美国卓尔泰克公司碳纤维的进展 [J]. 高科技纤维与应用, 2001, 5 (26): 7—11.

收稿日期: 2003-07-28; 修订日期: 2003-08-18

作者简介: 刘宝锋 (1967-), 男, 高级工程师, 主要从事复合材料预浸料及树脂基体的研究, 联系地址: 北京 81 信箱 12 分箱 (100095)。

(上接第 33 页)

- tion kinetics on the high Nb region of the Nb-Si system [J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1991, 25 (1): 237—242.
- [5] Mendiratta M G, Dimiduk D M. Strength and toughness of a Nb/Nb₅Si₃ composite [J]. Metall Trans A, 1993, 24: 501—504.
- [6] Jackson M R, Bewlay B P, Rowe R G. High-temperature refractory metal- intermetallic composites [J]. JOM, 1996, 48: 39—44.
- [7] Ashby M F, Blunt F J, Bannister M. Flow characteristics of highly constrained metal wires [J]. Acta Metall, 1989, 7: 1847—1857.
- [8] Kim W Y, Tanaka H, Hanada S. Microstructure and high temperature strength at 1773K of Nb_{ss}/Nb₅Si₃ composites alloyed with molybdenum [J]. Intermetallics, 2002, 10 (6): 625—634.
- [9] Kim W Y, Tanaka H, Kasama A. Microstructure and room temperature deformation of Nb_{ss}/Nb₅Si₃ in situ composites alloyed with Mo [J]. Intermetallics, 2001, 9 (6): 521—527.
- [10] Yi T, Hisao T, Ma C L. Solid-solution strengthening and high-temperature compressive strength of Nb-X alloys (X=Ta, V, Mo and W) [J]. Journal of the Japan Institute of Metals, 2000, 64 (7): 559—565.
- [11] Peters B C and Hendrickson A A. Solid solution strengthening Nb-Ta and Nb-Mo alloy single crystals [J]. Met Trans. 1970, 1 (8): 2271—2280.
- [12] Kim W Y, Tanaka H, Kasama A, Hanada S. Microstructure and room temperature fracture toughness of Nb/ Nb₅Si₃ in situ composites [J]. Intermetallics, 2001, 9 (9): 827—834.
- [13] 曲士昱, 王荣明, 韩雅芳. 航空材料学报, 2001, 21 (3): 9—12.
- [14] Schlesinger M E, Okamoto H, Gokhale A B. The Nb-Si (Niobium-Silicon) system [J]. J Phase Equil, 1993, 14 (4): 502—509.
- [15] Gokhale A B and Abbaschian G J. The Mo-Si (Molybdenum-Silicon) system [J]. J Phase Equil, 1991, 12 (4): 493—498.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (50131030)

收稿日期: 2003-11-28; 修订日期: 2003-12-18

作者简介: 李伟 (1977-), 男, 博士生, 联系地址: 上海交通大学材料学院 (200030)。

(上接第 42 页)

程中的铁磁构件进行测量,对照有限元分析结果,得到了应力集中与磁记忆效应之间的某些规律,对进一步探讨磁记忆检测机理的研究和推广应用有很好的参考价值。

参考文献

- [1] 任吉林,等. 金属磁记忆检测技术 [M]. 北京: 中国电力出版社, 2000.
- [2] 任吉林,等. 电站铁磁构件的磁记忆检测 [J]. 仪器仪表学报, 2003, 24 (5): 470—476.
- [3] 高庆. 工程断裂力学 [M]. 重庆: 重庆大学出版社, 1986.

- [4] 刘金依. 裂纹深度和材料特性对断裂参数的影响 [J]. 煤矿机械, 2002 (1): 26—28.
- [5] 龚曙光. ANSYS 工程应用实例解析 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2003.
- [6] 高春法,等. 磁记忆检测在压力容器检验中的应用 [J]. 无损检测, 2003, 25 (5): 247—249.

基金项目: 航空科学基金资助课题 (03G56001); 广东省科委工业攻关项目 (03005); 国家质监总局青年科技基金 (Q01-10)

收稿日期: 2004-01-28; 修订日期: 2004-03-18

作者简介: 宋凯 (1975-), 男, 硕士研究生, 研究方向为电磁无损检测技术研究, 联系地址: 南昌航空工业学院测控系任吉林教授转宋凯 (330034)。