



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115160608 A

(43) 申请公布日 2022.10.11

(21) 申请号 202211006201.3

(22) 申请日 2022.08.22

(71) 申请人 四川大学

地址 610000 四川省成都市一环路南一段
24号

(72) 发明人 刘鹏清 张圣昌 许启彬 陈练辉
廉婷婷 姜猛进 游彦

(74) 专利代理机构 北京超凡宏宇专利代理事务
所(特殊普通合伙) 11463

专利代理师 任燕妮

(51) Int.Cl.

C08J 5/06 (2006.01)

C08L 61/16 (2006.01)

C08K 9/06 (2006.01)

C08K 7/10 (2006.01)

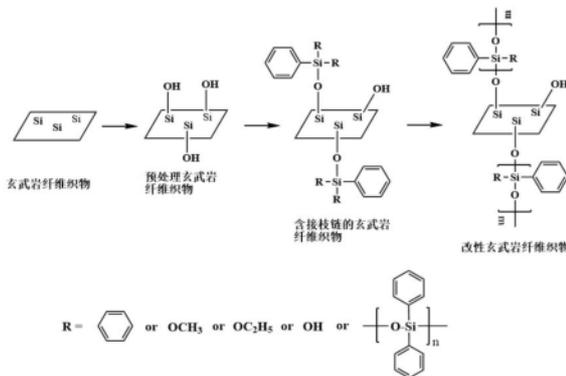
权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54) 发明名称

玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料及其
制备方法和应用

(57) 摘要

本发明涉及复合材料制备技术领域,公开了玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料及其制备方法和应用。玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备方法,包括:采用化学接枝的方法对玄武岩纤维表面进行改性,使其表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段,得到改性玄武岩纤维;将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮在310℃~360℃下热压为复合材料。玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料,采用上述的制备方法制得,其具有优异的力学性能和耐高温防腐性能。



1. 一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备方法,其特征在于,包括:

采用化学接枝的方法对玄武岩纤维表面进行改性,使其表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段,得到改性玄武岩纤维;

将所述改性玄武岩纤维与聚醚醚酮在310℃~360℃下热压为复合材料。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,对玄武岩纤维表面进行改性的方法包括:

对所述玄武岩纤维进行预处理使其表面产生硅羟基;

将改性剂与所述表面具有硅羟基的玄武岩纤维混合,利用改性剂对所述表面具有硅羟基的玄武岩纤维进行初次改性使其表面连接接枝链得第一混合体系,所述改性剂包括三甲氧基苯基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷、二苯基硅二醇、三乙氧基苯基硅烷和端羟基有机硅低聚物中至少一种;

将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,反应1~5h使所述改性剂继续与所述玄武岩纤维表面连接的接枝链进行扩链反应得到所述改性玄武岩纤维;

优选地,表面具有硅羟基的所述玄武岩纤维与所述改性剂的质量比为2~10:1;

优选地,所述去离子水占所述第二混合体系质量的10~40%;

优选地,初次改性的方式为:将所述玄武岩纤维与所述改性剂混合,于80~130℃的温度下反应3h~8h。

3. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括如下特征(1)~(5)中任意一个:

(1) 所述改性剂为三甲氧基苯基硅烷,扩链反应是:将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,pH为2.5~3.5反应1~5h;

(2) 所述改性剂为二苯基二甲氧基硅烷,扩链反应是:将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,pH为7.5~8.5反应1~5h;

(3) 所述改性剂为二苯基硅二醇,扩链反应是:将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,pH为3.5~4.5反应1~5h;

(4) 所述改性剂为三乙氧基苯基硅烷,扩链反应是:将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,pH为3~7反应1~5h;

(5) 所述改性剂为端羟基有机硅低聚物,扩链反应是:将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系,控制环境温度为40~80℃,pH为3~9反应1~5h。

4. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于,采用pH调节剂调节反应体系pH,所述pH调节剂为乙酸溶液、稀盐酸、氨水或和碳酸钠溶液。

5. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,改性结束后还包括将得到的所述玄武岩纤维从混合体系中取出,然后置于温度为50~80℃的烘箱中干燥1~4h。

6. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,对所述玄武岩纤维进行预处理的方式为:

将所述玄武岩纤维置于醇溶液中超声处理1~6h;

优选地,所述醇包括乙醇、丙酮和甲醇中至少一种;

优选地,所述醇溶液为醇和去离子水构成的溶液,其中醇与去离子水的质量比为1:1~

9;

优选地,将玄武岩纤维在所述醇溶液中预处理后还包括:将预处理后的所述玄武岩纤维从所述醇溶液中取出置于30℃-80℃下干燥1~8h。

7.根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述改性玄武岩纤维与聚醚醚酮的质量比为40~80:60~20。

8.根据权利要求1~7任一项所述的制备方法,其特征在于,将所述改性玄武岩纤维与聚醚醚酮热压为复合材料的方式包括:

将所述改性玄武岩纤维与所述聚醚醚酮的粒料、粉料、纤维、薄膜和织物中至少一种铺层,在310~360℃、3~8MPa下热压10~40min得到层状复合材料;

优选地,得到所述层状复合材料之后还包括:将3~11层所述层状复合材料堆叠在一起,于310~360℃、3~8MPa下热压10~40min。

9.一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料,其特征在于,采用如权利要求1~8任一项所述的制备方法制得。

10.如权利要求9所述的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料在耐高温防腐领域中应用。

玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料制备技术领域,具体而言,涉及玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料是目前耐温防腐材料发展的新方向。然而,玄武岩纤维与聚醚醚酮的相容性较差,且两者难以机械啮合,从而使玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的界面性能较差,难以充分发挥其优良耐高温耐腐蚀性能的优势。

[0003] 目前报导的方法大多为在玄武岩纤维表面吸附或包裹一层物质以提升两者的相容性,进而提升界面性能。然而,这类方法一方面会形成新的界面层,不利于界面高性能化;另一方面物理包覆的物质容易脱落,难以保证界面性能的稳定;再者,引入的物质大多含有脂肪链,不利于界面的耐高温和耐腐蚀性能,也不利于复合材料的高温加工。例如:

[0004] 公开专利号为CN101974204 B的发明专利申请专利,其公开了一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮复合材料的制备方法,该发明是在玄武岩纤维和聚醚醚酮之间添加高温润滑剂和粘度调节剂,使其更易加工,从而提高复合材料的性能。然而该发明属于添加型改性,并未解决玄武岩纤维与聚醚醚酮相容性较差以及界面较脆弱的问题,而且玄武岩纤维会与高温润滑剂形成脆弱界面,不利于界面的高性能化以及复合材料的性能。

[0005] 公开专利号为CN103374198 A的发明专利申请专利,其公开了一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮/聚酰亚胺复合材料的制备方法,该发明是在玄武岩纤维和聚醚醚酮/聚酰亚胺之间添加高温润滑剂提升复合材料的加工性能以提升力学性能。然而该发明属于添加型改性,并未解决玄武岩纤维与聚醚醚酮相容性较差以及界面较脆弱的问题,而且玄武岩纤维会与高温润滑剂形成脆弱界面,不利于复合材料的性能。

[0006] 公开专利号为CN106751445 A的发明专利申请专利,其公开了一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮复合材料的方法,该发明通过玄武岩纤维的表面吸附作用,在其表面吸附4,4'-二氟二苯甲酮和对苯二酚,之后通过聚合作用生成一层有机物膜包裹玄武岩纤维以提升其与聚醚醚酮的相容性,进而提升界面性能。然而该发明通过吸附作用将4,4'-二氟二苯甲酮和对苯二酚附着在玄武岩纤维表面,这使得两者在之后的改性中容易从纤维表面脱落,造成改性效果不均匀且不稳定,而且生成的聚合物中含有大量脂肪结构,在高温下易降解,从而使改性玄武岩纤维难以适应聚醚醚酮的加工温度,不利于应用。此外,该发明虽提高了玄武岩纤维与聚醚醚酮的相容性,但一方面并未通过机械啮合等作用解决玄武岩纤维增强聚醚醚酮复合材料的脆弱界面问题,另一方面所使用改性剂的分子链耐腐蚀性较差,难以实现界面的高性能化。

[0007] 鉴于此,特提出本发明。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于提供玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备方法、玄武岩

纤维增强聚醚醚酮基复合材料和玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料在耐温防腐领域中应用。

[0009] 本发明是这样实现的：

[0010] 第一方面，本发明提供一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备方法，包括：

[0011] 采用化学接枝的方法对玄武岩纤维表面进行改性，使其表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段，得到改性玄武岩纤维；

[0012] 将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮在310℃~360℃下热压为复合材料。

[0013] 在可选的实施方式中，对玄武岩纤维表面进行改性的方法包括：

[0014] 对玄武岩纤维进行预处理使其表面产生硅羟基；

[0015] 将改性剂与表面具有硅羟基的玄武岩纤维混合，利用改性剂对表面具有硅羟基的玄武岩纤维进行初次改性使其表面连接接枝链得第一混合体系，改性剂包括三甲氧基苯基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷、二苯基硅二醇、三乙氧基苯基硅烷和端羟基有机硅低聚物中至少一种；

[0016] 将去离子水与第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，反应1~5h使改性剂继续与玄武岩纤维表面连接的接枝链进行扩链反应得到改性玄武岩纤维；

[0017] 优选地，表面具有硅羟基的玄武岩纤维与改性剂的质量比为2~10:1；

[0018] 优选地，去离子水占第二混合体系质量的10~40%。

[0019] 在可选的实施方式中，初次改性的方式为：

[0020] 将玄武岩纤维与改性剂混合，于80~130℃的温度下反应3h~8h。

[0021] 在可选的实施方式中，制备方法包括如下特征(1)~(5)中任意一个：

[0022] (1)所述改性剂为三甲氧基苯基硅烷，扩链反应是：将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，pH为2.5~3.5反应1~5h；

[0023] (2)所述改性剂为二苯基二甲氧基硅烷，扩链反应是：将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，pH为7.5~8.5反应1~5h；

[0024] (3)所述改性剂为二苯基硅二醇，扩链反应是：将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，pH为3.5~4.5反应1~5h；

[0025] (4)所述改性剂为三乙氧基苯基硅烷，扩链反应是：将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，pH为3~7反应1~5h；

[0026] (5)所述改性剂为端羟基有机硅低聚物，扩链反应是：将去离子水与所述第一混合体系混合得第二混合体系，控制环境温度为40~80℃，pH为3~9反应1~5h。

[0027] 在可选的实施方式中，采用pH调节剂调节反应体系pH，pH调节剂为乙酸溶液、稀盐酸、氨水或和碳酸钠溶液。

[0028] 在可选的实施方式中，改性结束后还包括将得到的玄武岩纤维从混合体系中取出，然后置于温度为50~80℃的烘箱中干燥1~4h。

[0029] 在可选的实施方式中，对玄武岩纤维进行预处理的方式为：

[0030] 将玄武岩纤维置于醇溶液中超声处理1~6h；

[0031] 优选地，醇包括乙醇、丙酮和甲醇中至少一种；

- [0032] 优选地,醇溶液为醇和去离子水构成的溶液,其中醇与去离子水的质量比为1:1~9;
- [0033] 优选地,将玄武岩纤维在醇溶液中预处理后还包括:将预处理后的玄武岩纤维从醇溶液中取出置于30℃-80℃下干燥1~8h。
- [0034] 在可选的实施方式中,改性玄武岩纤维与聚醚醚酮的质量比为40~80:60~20。
- [0035] 在可选的实施方式中,将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮热压为复合材料的方式包括:
- [0036] 将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮的粒料、粉料、纤维、薄膜和织物中至少一种铺层,在310~360℃、3~8MPa下热压10~40min得到层状复合材料;
- [0037] 优选地,得到层状复合材料之后还包括:将3~11层层状复合材料堆叠在一起,于310~360℃、3~8MPa下热压10~40min。
- [0038] 第二方面,本发明提供一种玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料,采用如前述实施方式任一项的制备方法制得。
- [0039] 第三方面,本发明提供如前述实施方式的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料在耐高温防腐领域中应用。
- [0040] 本发明具有以下有益效果:
- [0041] 本发明技术方案通过化学接枝法使玄武岩纤维的表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段,苯环与硅氧硅结构可增强其与聚醚醚酮界面的耐高温性与耐腐蚀性能;线性链与苯环可提升其与聚醚醚酮的机械嵌合作用及相容性,使两者的界面性能优良;不含脂肪链可使其适应聚醚醚酮的加工温度。该方法通过化学键合作用长久稳定的提升玄武岩纤维与聚醚醚酮界面的耐高温耐腐蚀性,实现界面的高性能化。

附图说明

- [0042] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本发明的某些实施例,因此不应被看作是对范围的限定,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他相关的附图。
- [0043] 图1为改性玄武岩纤维的制备过程机理图;
- [0044] 图2为实施例2提供的制备方法制备过程中制得的改性玄武岩纤维织物的红外光谱图;
- [0045] 图3为实验例3拍摄对比例(a)与实施例2(b)的复合材料拉伸断裂截面形貌图。

具体实施方式

- [0046] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。
- [0047] 下面对本申请实施例提供的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料及其制备方法和应用进行具体说明。

- [0048] 本发明实施例提供的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备方法,包括:
- [0049] 采用化学接枝的方法对玄武岩纤维表面进行改性,使其表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段,得到改性玄武岩纤维;
- [0050] 将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮在310℃~360℃下热压为复合材料。
- [0051] 本发明提供的制备方法,通过化学接枝法使玄武岩纤维的表面连接硅氧硅线型链为主体、苯环为侧基且不含脂肪链的链段,苯环与硅氧硅结构可增强其与聚醚醚酮界面的耐高温性与耐腐蚀性能;线性链与苯环可提升其与聚醚醚酮的机械嵌合作用及相容性,使两者的界面性能优良;不含脂肪链可使其适应聚醚醚酮的加工温度。该方法通过化学键合作用长久稳定的提升玄武岩纤维与聚醚醚酮界面的耐温耐腐蚀性,实现界面的高性能化。
- [0052] 为便于制备,本申请优选实施方式中所使用的玄武岩纤维均是玄武岩纤维织物,例如玄武岩纤维布。
- [0053] 进一步地,如图1所示,复合材料的制备方法包括:
- [0054] S1、玄武岩纤维织物预处理
- [0055] 对玄武岩纤维进行预处理使其表面产生硅羟基。
- [0056] 优选地,预处理是将玄武岩纤维织物置于醇溶液中进行超声处理,使得玄武岩纤维表面水解产生硅羟基。
- [0057] 具体地,预处理是将玄武岩纤维织物、醇溶液在常温下按比例均匀混和,放入超声机中处理1~6h,以洗去玄武岩纤维织物表面的上浆剂以及使其表面水解产生硅羟基,之后将其置于30~80℃的烘箱中干燥1~8h得到预处理玄武岩纤维织物。
- [0058] 优选地,玄武岩纤维织物占其与醇溶液总质量的50~90%。
- [0059] 优选地,为保证能具有较好的预处理效果,醇溶剂为醇和去离子水的混合物,且其质量比为醇:去离子水为1:1~9。进一步地,醇包括乙醇、丙酮和甲醇中至少一种。
- [0060] S2、化学接枝法制备含接枝链的玄武岩纤维织物
- [0061] 将改性剂与表面具有硅羟基的玄武岩纤维混合,利用改性剂对表面具有硅羟基的玄武岩纤维进行初次改性使其表面连接接枝链得第一混合体系。
- [0062] 具体为:
- [0063] 将预处理后的玄武岩纤维织物与改性剂按比例混合均匀,置于80~130℃的温度下反应3~8h得到含接枝链的玄武岩纤维织物体系。改性剂包括三甲氧基苯基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷、二苯基硅二醇、三乙氧基苯基硅烷和端羟基有机硅低聚物中至少一种。表面具有硅羟基的玄武岩纤维与改性剂的质量比为2~10:1。
- [0064] S3、含接枝链的玄武岩纤维织物的扩链反应
- [0065] 将去离子水与第一混合体系混合得第二混合体系,使改性剂继续与玄武岩纤维表面连接的接枝链进行扩链反应得到改性玄武岩纤维。
- [0066] 具体为:往第一混合体系中加入一定量的去离子水得到第二混合体系,将第二混合体系置于40~80℃的温度下通过向反应体系中加入pH调节剂控制体系至最佳pH反应条件反应1~5h,之后将玄武岩纤维织物置于去离子水中洗涤20~40min,再置于50~80℃的烘箱中干燥1~4h得到改性玄武岩纤维织物。
- [0067] 上述最佳pH反应条件是:
- [0068] 当所述改性剂为三甲氧基苯基硅烷时本步骤的最佳反应pH为2.5~3.5;

- [0069] 当所述改性剂为二苯基二甲氧基硅烷时本步骤的最佳反应pH为7.5~8.5;
- [0070] 当所述改性剂为二苯基硅二醇时本步骤的最佳反应pH为3.5~4.5;
- [0071] 当所述改性剂为三乙氧基苯基硅烷时本步骤的最佳反应pH为3~7
- [0072] 当所述改性剂为端羟基有机硅低聚物时本步骤的基本上没有最佳反应pH要求,一般可设置为3~9。
- [0073] 优选地,pH调节剂为乙酸溶液、稀盐酸、氨水或碳酸钠溶液。pH调节剂用于调节体系的pH值至3~9这个范围内,以保证扩链反应更好的进行。
- [0074] 优选地,为保证有较佳的扩链效果,去离子水占第二混合体系质量的10~40%。
- [0075] S4、改性玄武岩纤维与聚醚醚酮热压复合
- [0076] 将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮的粒料、粉料、纤维、薄膜和织物中至少一种铺层,在310~360℃、3~8MPa下热压10~40min得到层状复合材料;
- [0077] 需要说明的是使用的聚醚醚酮的形态并不限于以上几种,只要能便于铺层都适合应用至本申请中。
- [0078] 将多层(例如3~11层)层状复合材料堆叠在一起,于310~360℃、3~8MPa下热压10~40min。
- [0079] 优选地,为保证制得的复合材料具有较佳的性能,改性玄武岩纤维与聚醚醚酮的质量比为40~80:60~20(例如40:60、50:50、70:30或80:20)。
- [0080] 需要说明的是,在本申请其他的一些实施方式中,改性玄武岩纤维与聚醚醚酮热压复合的具体方式并不限于上述这种,只要可将改性玄武岩纤维与聚醚醚酮热压复合即能实现本申请主张的技术效果,置于复合层数也可根据使用要求进行调整,可以是1层,也可以是多层。
- [0081] 本申请实施例提供的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料,采用本申请实施例提供的制备方法制得。
- [0082] 本申请实施例提供的玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料具有很好的耐温防腐性能,可应用于耐温防腐领域。
- [0083] 以下结合实施例对本发明的特征和性能作进一步的详细描述。
- [0084] 实施例1
- [0085] (1) 玄武岩纤维织物预处理
- [0086] 将玄武岩纤维织物、乙醇、去离子水在常温下按比例均匀混和,放入超声机中处理2h,以洗去玄武岩纤维织物表面的上浆剂以及使其表面水解产生硅羟基,之后将其置于50℃的烘箱中干燥1h得到预处理玄武岩纤维织物。玄武岩纤维织物在整个体系中的质量占比为60%,乙醇与去离子水的质量比为1:2。
- [0087] (2) 化学接枝法制备含接枝链的玄武岩纤维织物
- [0088] 将预处理玄武岩纤维织物与三甲氧基苯基硅烷按比例混合均匀,置于80℃的温度下反应8h得到含接枝链的玄武岩纤维织物体系。预处理玄武岩纤维织物与三甲氧基苯基硅烷的质量比为5:1。
- [0089] (3) 含接枝链的玄武岩纤维织物的扩链反应
- [0090] 往含接枝链的玄武岩纤维织物体系中加入一定量的去离子水,置于40℃的温度下,采用乙酸溶液作为pH调节剂调节pH为3,反应1h,之后将玄武岩纤维织物置于去离子水

中洗涤20min,再置于50℃的烘箱中干燥2h得到改性玄武岩纤维织物。去离子水的质量约占总体质量的20%。

[0091] (4) 玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备

[0092] 采用热压成型工艺,将玄武岩纤维织物与聚醚醚酮按40:60的质量比铺层,置于310℃中,于3MPa下热压10min,取出即可得到层状玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料;将5层上述层状复合材料再按照上述热压成型工艺进行热压成型。

[0093] 实施例2

[0094] (1) 玄武岩纤维织物预处理

[0095] 将玄武岩纤维织物、丙酮、去离子水在常温下按比例均匀混和,放入超声机中处理3h,以洗去玄武岩纤维织物表面的上浆剂以及使其表面水解产生硅羟基,之后将其置于40℃的烘箱中干燥2h得到预处理玄武岩纤维织物。玄武岩纤维织物在整个体系中的质量占比为70%,丙酮与去离子水的质量比为1:5。

[0096] (2) 化学接枝法制备含接枝链的玄武岩纤维织物

[0097] 将预处理玄武岩纤维织物与二苯基二甲氧基硅烷按比例混合均匀,置于90℃的温度下反应6h得到含接枝链的玄武岩纤维织物体系。预处理玄武岩纤维织物与二苯基二甲氧基硅烷的质量比为4:1。

[0098] (3) 含接枝链的玄武岩纤维织物的扩链反应

[0099] 往含接枝链的玄武岩纤维织物体系中加入一定量的去离子水,置于50℃的温度下,采用氨水溶液作为pH调节剂调节pH为8,反应2h,之后将玄武岩纤维织物置于去离子水中洗涤30min,再置于40℃的烘箱中干燥1h得到改性玄武岩纤维织物。去离子水的质量约占总体质量的25%。

[0100] (4) 玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备

[0101] 采用热压成型工艺,将玄武岩纤维织物与聚醚醚酮按70:30的质量比铺层,置于330℃中,于7MPa下热压15min,取出即可得到层状玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料;将3层上述层状复合材料再按照上述热压成型工艺进行热压成型。

[0102] 实施例3

[0103] (1) 玄武岩纤维织物预处理

[0104] 将玄武岩纤维织物、乙醇、去离子水在常温下按比例均匀混和,放入超声机中处理6h,以洗去玄武岩纤维织物表面的上浆剂以及使其表面水解产生硅羟基,之后将其置于60℃的烘箱中干燥1h得到预处理玄武岩纤维织物。玄武岩纤维织物在整个体系中的质量占比为90%,乙醇与去离子水的质量比为1:2。

[0105] (2) 化学接枝法制备含接枝链的玄武岩纤维织物

[0106] 将预处理玄武岩纤维织物与二苯基硅二醇按比例混合均匀,置于120℃的温度下反应4h得到含接枝链的玄武岩纤维织物体系。预处理玄武岩纤维织物与三甲氧基苯基硅烷的质量比为8:1。

[0107] (3) 含接枝链的玄武岩纤维织物的扩链反应

[0108] 往含接枝链的玄武岩纤维织物体系中加入一定量的去离子水,置于70℃的温度下,采用稀盐酸作为pH调节剂调节pH为4,反应1h,之后将玄武岩纤维织物置于去离子水中洗涤20min,再置于80℃的烘箱中干燥2h得到改性玄武岩纤维织物。去离子水的质量约占总

体质量的40%。

[0109] (4) 玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的制备

[0110] 采用热压成型工艺,将玄武岩纤维织物与聚醚醚酮按80:20的质量比铺层,置于310℃中,于6MPa下热压20min,取出即可得到层状玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料;将9层上述层状复合材料再按照上述热压成型工艺进行热压成型。

[0111] 对比例

[0112] 本对比例与实施例2基本相同,不同之处仅在于:

[0113] 采用未经处理的玄武岩纤维织物与聚醚醚酮复合。

[0114] 实验例1

[0115] a.将对比例、实施例1、实施例2、实施例3所制备复合材料于150℃处理12h后测得的拉伸强度。

[0116] b.将对比例、实施例1、实施例2、实施例3所制备复合材料于室温下在2mol/L的NaCl溶液中处理72h后测得的拉伸强度。

[0117] 将测试结果记录至表1中。

[0118] 表1玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的拉伸强度

| 性能指标 | 对比例 | 实施例 | 实施例 | 实施例 |
|-----------------------------|-----|-----|-----|-----|
| | 1 | 1 | 2 | 3 |
| 拉伸强度 (MPa) | 91 | 137 | 162 | 153 |
| 高温处理后拉伸强度 (MPa) a | 81 | 136 | 159 | 148 |
| 盐腐蚀后拉伸强度 (MPa) ^b | 74 | 130 | 154 | 151 |

[0120] 从表2可看出,本申请各个实施例提供的制备方法制得的复合材料的拉伸强度明显大大高于对比例,说明将玄武岩纤维进行改性处理后再与聚醚醚酮复合能显著提高复合材料的拉伸强度;并且本申请实施例制得的复合材料经过高温处理和盐处理后的,其拉伸强度未出现明显下降,而对比例的复合材料经高温处理和盐处理后其拉伸性能明显降低。

[0121] 实验例2

[0122] 将实施例2制备过程中得到的改性玄武岩纤维织物进行红外光谱测试,得到其红外光谱图,如图2所示。从图2中可看出,经过本申请提供的方法改性处理后,能使得玄武岩纤维织物上具有羟基、苯环骨架、Si-C链以及Si-O-Si链。

[0123] 实验例3

[0124] 将实施例3和对比例制得的复合材料拉断,拍摄断裂截面的形貌图,如图3所示。图中a图为对比例制得的复合材料拉断后截面的形貌图,图中b图为实施例2制得的复合材料拉断后截面的形貌图。从图2中可看出,对比例制得的复合材料拉断后的玄武岩纤维表面几乎没有附着聚醚醚酮,而实施例2制得的复合材料拉断后的玄武岩纤维表面仍旧附着有大量的聚醚醚酮,由此可见本申请提供的制备方法制得的复合材料玄武岩纤维和聚醚醚酮之间具有较强的结合力。

[0125] 综上,本申请实施例提供的制备方法具有以下优点:

[0126] (1) 本申请采用化学接枝改性,与在纤维表面直接涂覆改性剂等物理方法相比,化学接枝法提升界面性能的作用更加持久稳定。

[0127] (2) 本申请在玄武岩纤维上引入的线型链可提升其与聚醚醚酮的机械啮合作用,使两者的界面性能更加优良。

[0128] (3) 本申请在玄武岩纤维上引入的苯环可提升其与聚醚醚酮的相容性,使两者相容性更加优良,从而提升界面性能。

[0129] (4) 本申请在玄武岩纤维上引入的苯环与硅氧硅链具有优良的耐高温性与耐腐蚀性能等,从而促进实现玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料界面的高性能化。

[0130] (5) 本申请的改性过程不引入脂肪链,可使改性玄武岩纤维适应聚醚醚酮的加工温度,解决改性玄武岩纤维增强聚醚醚酮基复合材料的加工问题。

[0131] 以上仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

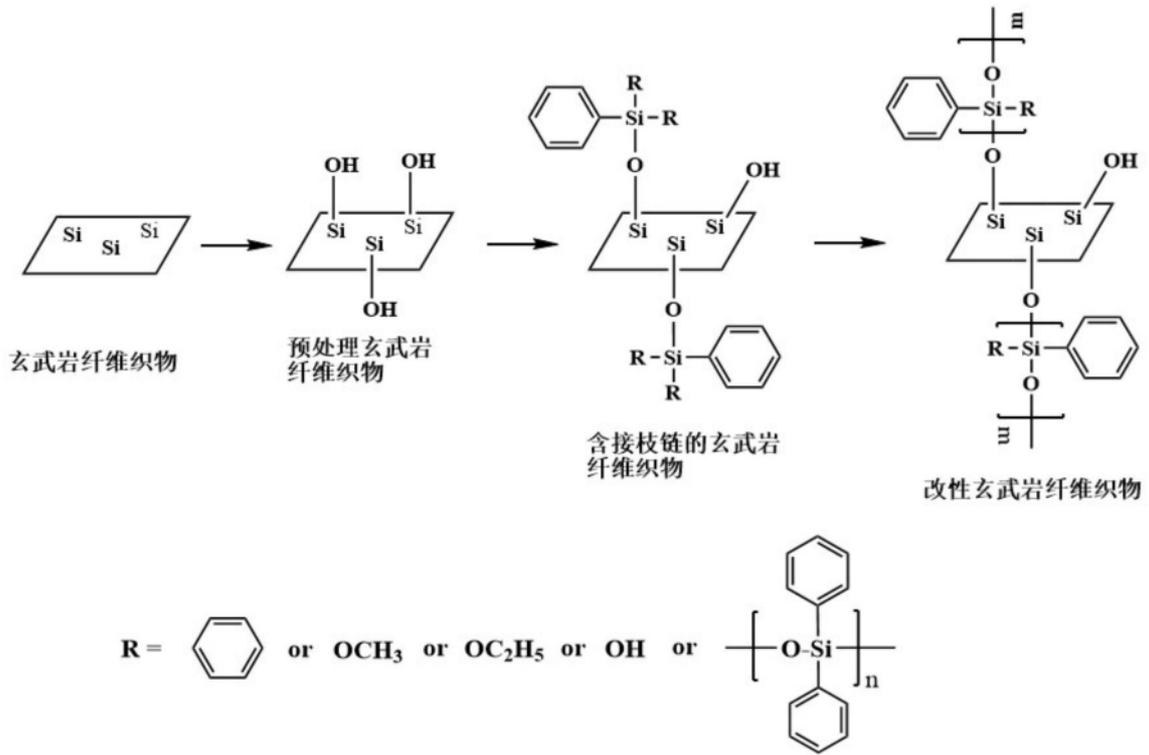


图1

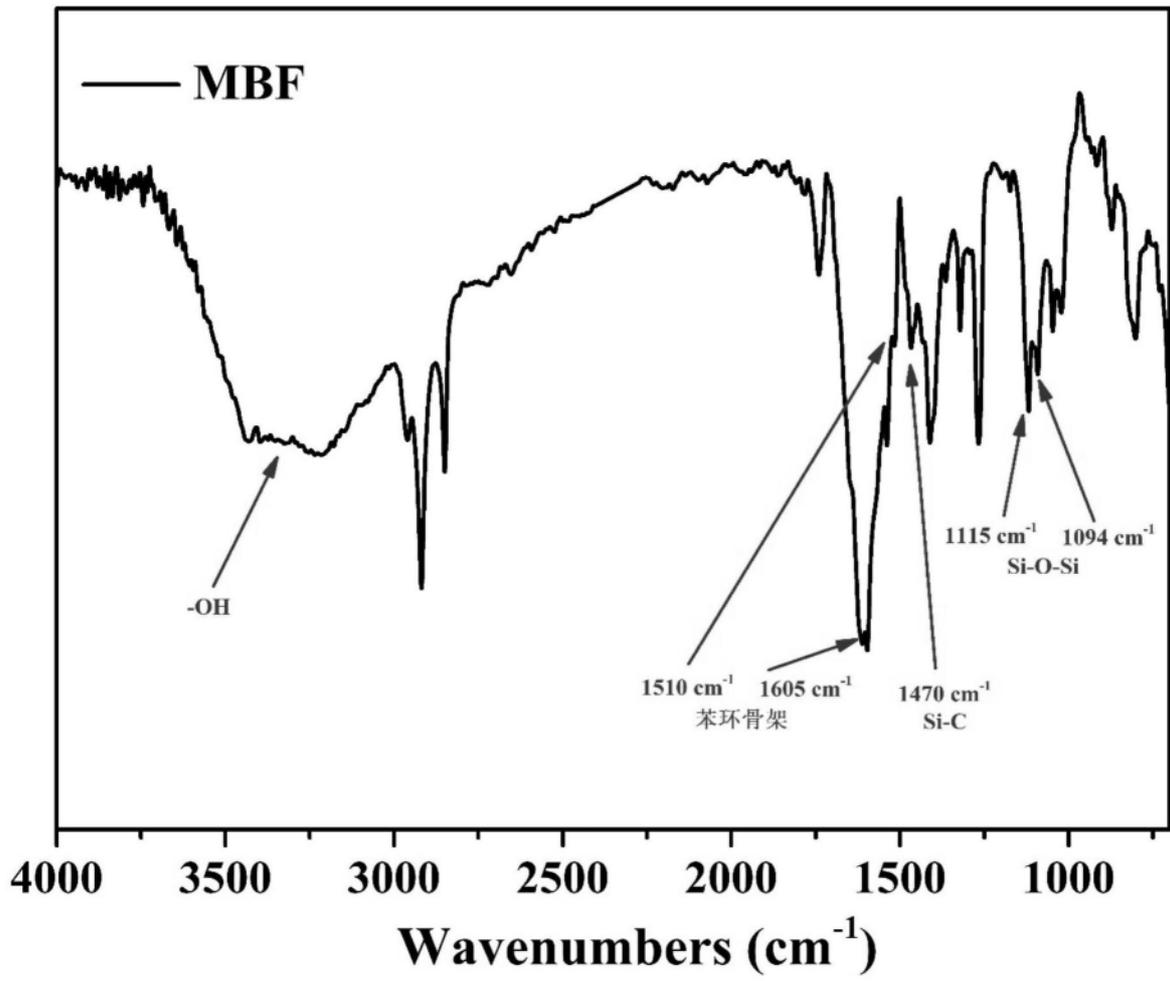


图2

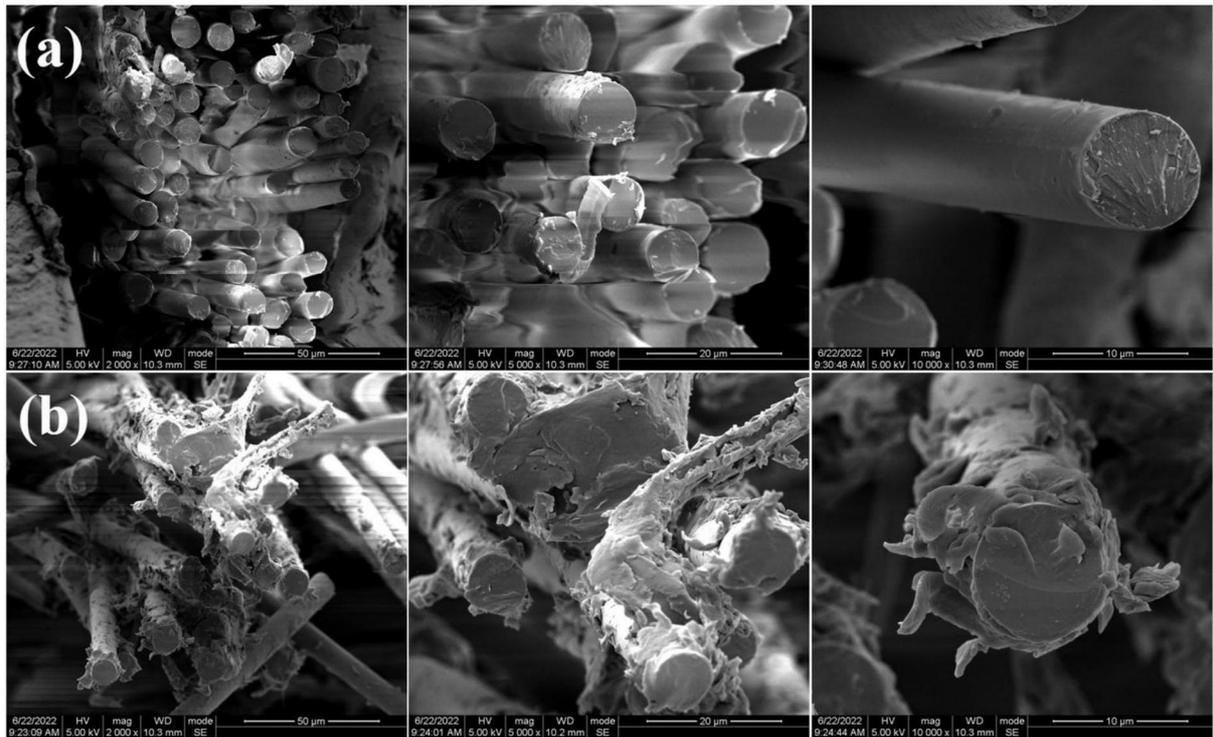


图3