

苧麻纤维表面处理对其复合材料性能的影响

刘 璇 成 玲*

(天津工业大学纺织学院,天津 300387)

摘 要 在不同处理时间和功率的条件下,对苧麻纤维表面进行冷等离子体处理。通过分析纤维表面能以及纤维拉伸强度的变化,选取了 3 组处理纤维与未处理纤维作为复合材料的增强纤维,并且运用模压工艺制备苧麻纤维增强复合材料。经过扫描电镜分析、弯曲强度和剪切强度测试以及单纤维断裂实验,探究了冷等离子体处理对苧麻纤维表面性能及其复合材料性能的影响。结果表明:冷等离子体处理去除了苧麻纤维表面的胶质和杂质,提升了纤维与环氧树脂的粘附功。随着处理时间与功率的增加,复合材料板的力学性能随之提升。与未处理纤维复合材料相比,当处理条件为 3min、200W 时,复合材料的弯曲强度与剪切强度分别提升了 37.0%和 30.5%。

关键词 冷等离子体处理,苧麻纤维复合材料,表面能,粘附功,力学性能,单纤维断裂

Influence of surface treatment on property of ramie fiber reinforced composite

Liu Xuan Cheng Ling

(College of Textiles, Tianjin polytechnic University, Tianjin 300387)

Abstract Low temperature plasma treatment with different treatment times and output powers were applied to treat ramie fibers. Through the analysis of fiber surface energy and tensile strength, 3 groups as well as control group were chosen as the reinforced fibers of composites, then ramie fiber reinforced composites were made by compression molding technology. The influence of low temperature plasma treatment on the ramie fiber and its composite were tested by scanning electron micrograph (SEM), bending test, shearing test and fragmentation test. The results indicated that pectin and impurities covering of fibers were removed after low temperature plasma treatment, and the surface energy of ramie fibers and the adhesion power with epoxy resin were increased significantly. The mechanical properties of ramie fiber reinforced composite were improved with the increase of treatment times and output powers. Compared with the untreated ramie fiber composite, flexural strength and shearing strength of composite grew 37.0% and 30.5% after 3min-200W treatment.

Key words low-temperature plasma treatment, ramie fiber reinforced composites, surface energy, adhesion work with epoxy resin, mechanical property, fragmentation of single-fiber composites

随着全球环境污染的加剧、资源的日益枯竭,环保新型材料逐步成为材料界研究的新方向。其中,天然纤维复合材料已成为开发和应用的热点。苧麻纤维作为一种环保、低成本的生物资源,逐渐成为复合材料增强纤维的首选材料之一。苧麻纤维被誉为“天然纤维之王”,具有长度长、结晶度高和弹性模量大等优点^[1]。其表面性能对其复合材料的性能有至关重要的影响。以往研究表明,胶质、杂质的存在影响了苧麻纤维的表面性能^[2]。在诸多的表面处理方法中,冷等离子体处理技术因操作简单、反应速度

快、环保节能等特点受到学术界广泛的关注与研究^[3]。与其他处理方法相比,冷等离子体反应作用于纤维表面,对纤维性能的损伤较小^[4-5]。优良的处理特性使得冷等离子体处理技术得到迅速的发展。

本研究采用了冷等离子体表面处理技术,在不同处理时间和功率的条件下,对苧麻纤维表面进行处理,通过对苧麻纤维表面能和拉伸强度的测试与分析,选取三组已处理纤维与未处理纤维作为复合材料的增强纤维,并运用模压工艺制备成苧麻纤维增强复合材料,探究了冷等离子体处理对苧麻纤维

表面性能及其复合材料性能的影响。

1 实验部分

1.1 原材料

苧麻纤维(长度 250mm,平均直径 31.8μm,细度 10.8),实验前,将片状苧麻手撕成单纤维状并且在丙酮溶液中浸泡 30min,之后放入 80℃烘箱中烘干。测试液体为蒸馏水、乙二醇和 E-51 型环氧树脂,三者的相关性能如表 1 所示。

表 1 实验液体的性能

实验液体	蒸馏水	乙二醇	E-51 型环氧树脂
密度/(g·cm ⁻³)	1.00	1.19	1.24
极限分量(γ ^p)/(mN·m ⁻¹)	51.0	19.0	10.8
非极限分量(γ ^d)/(mN·m ⁻¹)	21.8	29.0	34.3
表面张力(γ _l)/(mN·m ⁻¹)	72.8	48.0	41.5

1.2 苧麻纤维的冷等离子体处理

选用冷等离子体处理机(CD1200PC 型,比利时 Europlasma 公司)对苧麻纤维进行表面处理。设定处理功率分别为 100、150、200、250 和 300W,进行时长为 1min 的表面处理实验。实验结束后,将 5 种试样放入密封袋中,记做 1min-100W、1min-150W、1min-200W、1min-250W 和 1min-300W,每次处理 40 根纤维。随后,设定处理时间为 1、1.5、2、2.5 和 3min,进行功率为 100W 的表面处理实验,步骤同上。实验结束后,将 5 种试样放入密封袋中,记做 100W-1min、100W-1.5min、100W-2min、100W-2.5min 和 100W-3min。

1.3 苧麻纤维的浸润性测试

为了表征苧麻纤维的浸润性,利用表面张力仪(Kruss K100 型),采用垂片法测试单根纤维的前进接触角。测试速度为 2mm/min,探测深度为 2mm,测试灵敏度为 0.0001g,测试液体为蒸馏水、乙二醇和 E-51 型环氧树脂,每个试样的前进接触角均为 5 次实验的平均值。将纤维前进接触角带入杨氏方程计算纤维表面能及其与环氧树脂的粘附功,计算方程如公式(1)—(4)所示^[6-8]:

$$\gamma_{11}(1 + \cos\theta) = 2\sqrt{\gamma_s^p + \gamma_l^p} + 2\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} \tag{1}$$

$$\gamma_{12}(1 + \cos\theta) = 2\sqrt{\gamma_s^p + \gamma_l^p} + 2\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} \tag{2}$$

$$\gamma_T = \gamma_s^p + \gamma_s^d \tag{3}$$

$$W_a = \frac{4\gamma_s^d \gamma_l^d}{\gamma_s^d + \gamma_l^d} + \frac{4\gamma_s^p \gamma_l^p}{\gamma_s^p + \gamma_l^p} \tag{4}$$

式中,γ_l 为液体表面能,mJ/m²;γ_s^d 为液体表面能的非极性分量,mN/m;γ_s^p 为液体表面能的极性

分量,mN/m;γ_s^d 为纤维表面能的非极性分量,mN/m;γ_s^p 为纤维表面能的极性分量,mN/m;γ_T 为纤维表面能,mJ/m²;θ 为纤维与液体接触的前进角,(°)。

1.4 苧麻纤维复合板的制备

采用模压成型法制备体积含量为 30%的苧麻纤维复合材料板。将 4 组苧麻纤维各称取 1g 并聚集成纤维束,在纤维束上均匀涂抹调和好的树脂溶液(环氧树脂与固化剂的质量比为 10:1),放入涂有脱模剂的模具中,合模并且对模具施加一定压力。55℃预热 1h 后再次加压,80℃固化 2h,120℃固化 1h,冷却脱模,制得尺寸为 180mm×6mm×2mm 的苧麻纤维增强复合材料板^[9]。

1.5 苧麻纤维复合材料的力学性能测试

对于不同工艺参数处理的苧麻纤维复合材料板进行弯曲强度和剪切强度的测试。测试仪器选用万能强力仪(日本岛津公司),最大载荷为 500kN,按照 JB 1449—2005 和 JC/T 773—2010,要求测试 5 个试样,最后求其平均值。

1.6 单纤维的断裂实验

单纤维断裂实验是测量复合材料界面剪切强度的一种方法。将处理过的单根苧麻纤维放入工字型模具中,浇铸环氧树脂后加温固化制得工字型试样。采用拉伸装置加持试样并施加拉伸载荷,复合材料受到拉伸载荷作用时,其增强纤维会发生多次断裂,利用偏光显微镜观察纤维的断裂点数,直至纤维的断裂达到饱和状态。将断裂点数带入公式(5)计算界面剪切强度(τ,MPa)^[10-11]。偏光显微镜的放大倍数为 0.75,观察长度为 20mm,拉伸仪的速度为 1mm/min,每种试样测试 5 次。

$$\tau = \frac{\sigma_f d}{2L_c} \tag{5}$$

式中,d 为纤维直径,μm;σ_f 为纤维强度在临界纤维长度下的值,mm;L_c 为临界纤维长度,mm。

临界长度(L_c,mm)可由公式(6)计算。

$$L_c = \frac{4}{3}\bar{l} \tag{6}$$

式中,̄l 为各个纤维断裂段长度的平均值,mm。

2 结果与讨论

2.1 苧麻纤维的浸润性分析

考察了功率和时间对苧麻纤维接触角与表面能的影响,结果如图 1 所示。由图可知,苧麻纤维经过冷等离子体处理后,其接触角与表面能变化明显。

当苧麻纤维未被处理时,极性较强的纤维素被胶质和杂质包覆,使得其表面的浸润性较差。当冷等离子体的处理条件为 1min-100W 时,苧麻纤维表面的胶质和杂质经冷等离子处理后被去除,极性较强的纤维素外露,提升了苧麻纤维表面的浸润性。随着工艺参数的增加,苧麻纤维表面的沟壑逐渐外露,增加了纤维与测试液体的接触面积,因此苧麻纤维的接触角逐渐减小,其表面能逐渐增加。当处理条件达到 1min-200W 和 2min-100W 后,苧麻纤维的浸润性变化不显著。这主要是由于冷等离子体中活性粒子所带能量有限,影响了冷等离子体的处理效果。当冷等离子体的处理条件为 1min-300W 和 100W-3min 时,二者的纤维表面能相近,与未处理纤维相比,其表面能增加了约 120%。

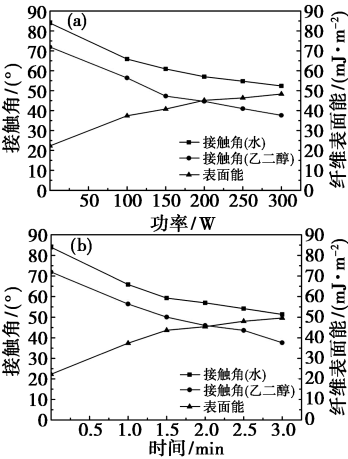


图 1 功率(a)和时间(b)对苧麻纤维接触角与表面能的影响

2.2 苧麻纤维的拉伸强度分析

考察了功率和时间对苧麻纤维拉伸强度的影响,结果如图 2 所示。由图可知,冷等离子体处理会损伤苧麻纤维,影响苧麻纤维的拉伸强度。经 1min-100W 冷等离子体处理后,苧麻纤维的拉伸强度变化不显著。这主要是因为冷等离子体处理作用于苧麻纤维表面,对苧麻纤维本身的损伤较小。随着功率和时间的增加,冷等离子体处理对苧麻纤维的损伤逐渐明显。当冷等离子体的处理条件为 1min-250W 和 100W-2min 时,与未处理纤维相比,二者的纤维拉伸强度分别降低 24.5% 和 25.8%。由于冷等离子体处理具有刻蚀纤维的作用,处理功率的增大与处理时间的延长会增加活性粒子的密度和能量,纤维表面受到高能量活性粒子的多次撞击使得其表面出现凹槽和裂纹,因此降低了纤维的拉伸强度。与未处理纤维相比,当冷等离子体的处理

条件为 1min-300W 和 100W-3min 时,二者的纤维拉伸强度分别降低了 27.7% 和 33.1%,此时冷等离子体处理对纤维的损伤较大。

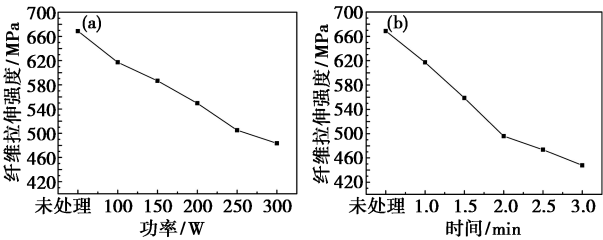


图 2 功率(a)和时间(b)对苧麻纤维拉伸强度的影响

笔者以往研究表明 1min-100W、2min-150W 和 3min-200W 三组工艺参数对苧麻纤维表面性能的影响显著^[12],因此本实验选取这三组工艺参数对苧麻纤维表面进行处理,并且通过模压工艺制备苧麻纤维增强复合材料板,探究了冷等离子体处理对苧麻纤维增强复合材料性能的影响。

2.3 苧麻纤维的表面形貌分析

通过观察苧麻纤维表面形貌的变化,可以发现未处理的苧麻纤维麻表面[图 3(a)]被胶质覆盖,毛刺较多且粘结其他杂质。经冷等离子体处理后,苧麻纤维表面的胶质和杂质被去除,苧麻纤维表面的沟壑外露[图 3(b)]。随着时间和功率的增大,冷等离子体处理对苧麻纤维表面的作用逐渐增强,其表面被冷等离子体刻蚀变粗糙[图 3(c)]。由图 3(d)可知,当处理条件为 3min-200W 时,苧麻纤维表面仍有胶质的痕迹,由此说明冷等离子体中的活性粒子撞击苧麻纤维表面具有随机性,造成苧麻纤维表面局部被刻蚀。

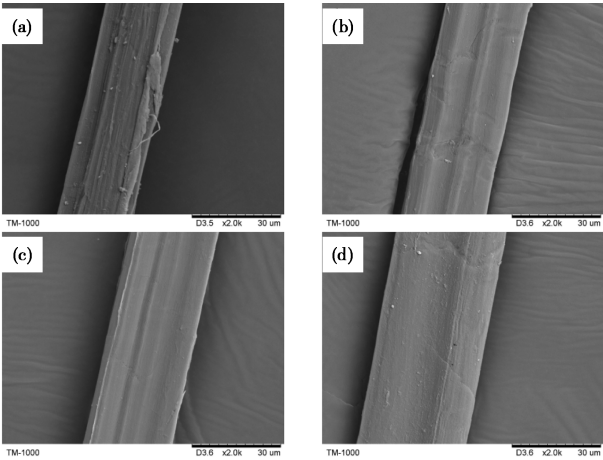


图 3 冷等离子体处理苧麻纤维的表面形态 SEM 图
[(a)未处理;(b)1min-100W 处理;(c)2min-150W 处理;
(d)3min-200W 处理]

2.4 苎麻纤维及其复合材料的弯曲强度分析

不同工艺参数处理苎麻纤维表面后, 苎麻纤维与环氧树脂的粘附功及其复合材料弯曲强度的测试结果见图 4。由图可知, 冷等离子体有利于苎麻纤维与环氧树脂的结合, 提高了其复合材料的弯曲强度。当苎麻纤维未被处理时, 其表面被胶质和杂质包覆, 使得苎麻纤维与环氧树脂的结合性能较差。当苎麻纤维经过 1min-100W 处理后, 其表面的胶质与杂质被部分去除, 提升了苎麻纤维与环氧树脂的结合性能, 增加了其复合材料的弯曲强度。随着工艺参数的增加, 苎麻纤维表面的沟壑外露、粗糙度逐渐增加, 提升了苎麻纤维与环氧树脂界面之间的机械锁结, 因此增加了复合材料的弯曲强度。与未处理纤维相比, 当苎麻纤维经过 2min-150W 和 3min-200W 处理, 其与环氧树脂的粘附功分别提升了 53.3% 和 59.1%; 与未处理纤维复合材料相比, 其复合材料弯曲强度分别提升了 25.1% 和 37.0%。

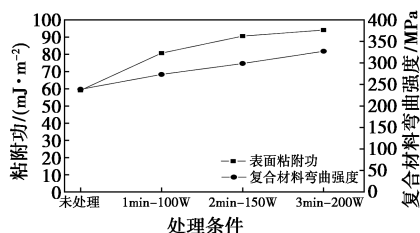


图 4 冷等离子体处理对苎麻纤维粘附功及其复合材料弯曲强度的影响

2.5 苎麻纤维及其复合材料的剪切强度分析

同一拉伸应力下, 单纤维经冷等离子体处理后, 在基体中断裂的光学显微图片如图 5 所示。由图可知, 同一拉伸应力下, 不同冷等离子体处理对单纤维复合材料的影响不同。冷等离子体处理对复合材料剪切强度的影响如图 6 所示。由图可知, 未处理纤维表面存在胶质, 影响了其复合材料界面应力的有效传递, 纤维未能均匀地承受应力时复合材料已经断裂, 导致其界面剪切强度最小。当处理条件为 1min-100W 时, 纤维表面经过处理, 改善了纤维与环氧树脂的界面性能, 提升了单纤维复合材料和复合材料的剪切强度。随着处理时间和功率的增加, 纤维与环氧树脂的结合性能得到进一步改善。当处理条件为 2min-150W 时, 虽然冷等离子体处理刻蚀了纤维的表面, 影响了纤维的力学性能, 但是刻蚀作用增加了纤维与基体的接触面积, 提升了纤维与集体的结合性能, 使得其单纤维复合材料的剪切强度达到最大, 与未处理单纤维复合材料相比, 提升了 54.0%。当处理条件为 3min-200W 时, 与未处理纤维

复合材料相比, 其复合材料的剪切强度提升了 30.5%; 与纤维束相比, 冷等离子体处理对单纤维的损伤更为显著, 使得其复合材料的界面剪切强度与未处理单纤维复合材料的界面剪切强度相近。

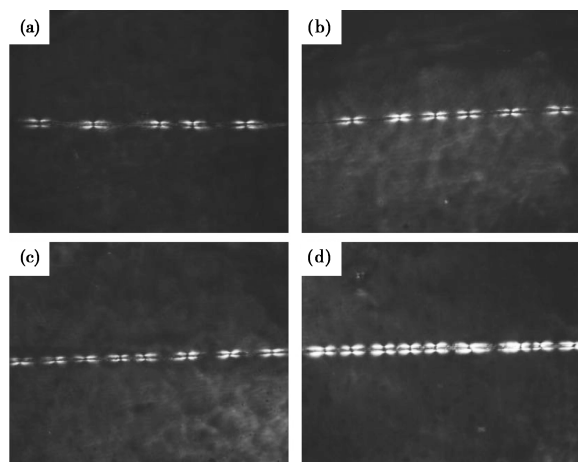


图 5 同一拉伸应力下, 单纤维经冷等离子体处理后, 在基体中断裂的光学显微图

[(a) 未处理; (b) 1min-100W 处理; (c) 2min-150W 处理; (d) 3min-200W 处理]

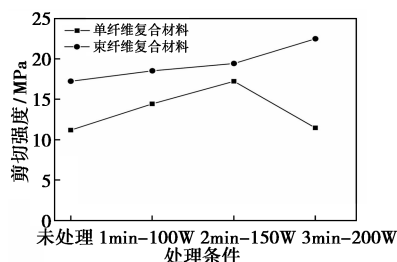


图 6 冷等离子体处理对复合材料剪切强度的影响

3 结语

本课题主要探究了冷等离子体处理对苎麻纤维表面及其复合材料性能的影响, 得到如下结论:

(1) 经冷等离子体处理, 苎麻纤维的表面浸润性得到提升。与未处理纤维相比, 当冷等离子体的处理条件为 1min-300W 和 100W-3min 时, 纤维表面能增加了约 120%。

(2) 冷等离子体处理会影响纤维的拉伸强度。在一定处理参数范围内, 冷等离子体处理对苎麻纤维损伤较小。但处理功率过大或处理时间过长, 冷等离子体处理会严重影响苎麻纤维的拉伸强度。

(3) 冷等离子体处理去除了苎麻纤维表面的胶质和杂质, 增加了纤维与环氧树脂的粘附功, 提升了苎麻纤维增强复合材料的弯曲强度与剪切强度。

(下转第 149 页)