

高黏度硅基绝热层胶料分散工艺参数研究

时艺娟 张 艳* 张 伟 许云志

(西安近代化学所,西安 710065)

摘 要 采用组合分散混合系统,成功制得高黏度硅基绝热层胶料,并对高黏度硅基绝热层胶料分散工艺进行研究,确定了基料混合时间、韧性纤维的最佳分散参数、脆性纤维解束及高黏度胶料混合的最佳工艺参数。在分散速度为 1000r/min,搅拌速度为 30r/min,搅拌时间为 15min,解束速度为 500r/min,传输速度为 650r/min 条件下,制得的高黏度硅基绝热层胶料的拉伸强度达到 5.05MPa,密度偏差为 3.60%,绝热层线烧蚀率为 0.008mm/s。高黏度硅基绝热层胶料在所含脆性纤维不受物理损坏的同时,具有良好的性能。

关键词 分散,混合,高黏度,绝热层

Study on dispersion process parameter of high viscosity silicone insulation

Shi Yijuan Zhang Yan Zhang Wei Xu Yunzhi

(Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065)

Abstract Used a combination of decentralized hybrid systems, designing a combination of brittle fiber disperser and high viscosity rubber mixer, studying the technology of dispersion process of high viscosity silicone insulation. The optimum technological parameter was determined for the mixing time of basal rubber, brittle fiber dispersion and high viscosity rubber mixture. Under the conditions of 1000r/min dispersion speed, 30r/min stirring speed, 15 min stirring time, 500 r/min beam splitting speed and 650 r/min transmission speed, the tensile strength of compound was 5.05MPa, the density deviation was 3.60% and the ablation rate of the insulation layer was 0.008mm/s. The compound had good properties while the brittle fibers contained in it were not damaged physically.

Key words dispersion, blend, high viscosity, insulation

火箭发动机绝热层的主要作用是抵挡高温燃气长时间的冲蚀,对发动机壳体进行热防护。硅基绝热层材料以其无可比拟的耐烧蚀抗冲刷性能和优良的综合性能成功用于固冲、液冲发动机的热防护^[1]。硅基绝热层是以有机硅橡胶为基体,配以大量的多功能颗粒填料、韧性纤维和脆性纤维,形成高黏度的固/液分散体系,常规的分散工艺无法满足绝热层胶料的分散混合使用要求,存在脆性纤维断裂率太高、胶料分散不均匀等问题。本研究采用组合分散混合系统,通过脆性纤维处理机、高黏度胶料混合机的设计组合,解决了高固含量硅基绝热层分散混合工艺的不足,达到硅基绝热层胶料在所含脆性纤维不受物理损坏的同时,实现了高均匀度分散的目的。

1 实验部分

1.1 材料

高黏度硅基绝热层胶料(由基体胶、颗粒填料、

韧性纤维填料和脆性纤维填料组成),西安近代化学研究所。

1.2 设备

脆性纤维处理机(CH-1 型)、高黏度胶料混合机(XL-1 型),西安近代化学研究所;固体密度计(MH-300A 型),厦门雄发仪器仪表有限公司;万能拉力试验机(ST-1030 型),浙江尚天仪器仪表有限公司;氧乙炔烧蚀试验机(YS-IV 型),陕西电器研究所。

1.3 高黏度硅基绝热层胶料的制备

(1)按配方称取基体胶、颗粒填料,采用高黏度胶料混合机(XL-1 型,西安近代化学研究所)开启高速分散模式,在高压、高剪切和高效率的分散条件下使物料得到充分的混合,即制得绝热层基料。

(2)称取相应量的韧性纤维,采用高黏度胶料混合机(XL-1 型,西安近代化学研究所)在高速分散盘的作用下达到高均匀度分散。

作者简介:时艺娟(1965-),女,本科,研究员,从事发动机绝热层、推进剂包覆层研究。

联系人:张艳。

(3)称取相应量的脆性纤维,采用脆性纤维处理机(CH-1 型,西安近代化学研究所)对脆性纤维进行处理,该处理机可将束状脆性纤维解束成单丝状,同时不使其受到物理破坏,通过自动输送管道直接输送至高黏度胶料混合机中与步骤(2)的产物进行最终混合。

(4)采用高黏度胶料混合机(XL-1 型,西安近代化学研究所)将脆性纤维进行混合,该设备的高速分散盘自动收起,关闭高速分散模式,整体绝热层胶料在低压力、低剪切的搅拌作用下,完成混合,即成功制得高黏度硅基绝热层胶料。

由于搅拌混合过程比较柔和,剪切力、挤压力较小,对脆性纤维的物理特性不损坏,保证了脆性纤维在分散过程中的完好率。

1.4 样品的测试

采用固体密度计(MH-300A 型,厦门雄发仪器仪表有限公司),按照国标 GJB 770B—2005401.2 对样品的密度进行测试。采用万能拉力试验机(ST-1030 型,浙江尚天仪器仪表有限公司),按照国标 GB/T 528—1998 对样品的拉伸强度、伸长率进行测试。采用氧乙炔烧蚀试验机(YS-IV 型,陕西电器研究所),按照国标 GJB 323A—1996 对样品的线烧蚀率进行测试。

2 结果与讨论

2.1 分散工艺对韧性纤维分散效果的影响

通过测定胶料密度差对比,确定了高黏度胶料混合机分散韧性纤维的最佳分散参数。分散工艺对

表 1 分散工艺对韧性纤维分散效果的影响

序号	分散盘转速/ ($r \cdot \min^{-1}$)	混炼时间/ min	密度差/ %	拉伸强度/ MPa
1	700	10	6.89	2.656
	700	15	6.35	2.875
	700	20	6.11	2.898
2	800	10	5.12	3.069
	800	15	4.99	3.055
	800	20	4.56	3.196
3	900	10	4.62	3.338
	900	15	4.59	3.201
	900	20	4.33	3.155
4	1000	10	3.87	3.438
	1000	15	2.50	3.605
	1000	20	2.50	3.665

韧性纤维分散效果的影响见表 1。从表 1 可知,高速分散对绝热层基料-韧性纤维的分散混合属常规的分散工艺,高黏度胶料混合机的分散盘转速越高,分散时间越长,分散效果越佳,但分散盘转速过高,如大于 $1000r/\min$,将会导致绝热层胶料因局部温度过高而过早固化,从而影响整个工艺过程的实施,因此确定高黏度胶料混合机分散韧性纤维的最佳分散参数:分散速度为 $1000r/\min$ 、搅拌速度为 $50r/\min$ 、时间为 $15\min$ 。

2.2 分散工艺对脆性纤维分散效果的影响

对脆性碳纤维的分散,投料速度不宜过快,否则解束器来不及解束,容易造成纤维的堆积,使得脆性碳纤维受挤压而断裂^[2]。在保证投料筒有料的情况下,投料速度越慢越好,最佳投料速度为 $15r/\min$ 。

合理确定解束速度须考虑两方面因素,一是解束棒对脆性纤维的分解作用,二是对脆性纤维的损伤作用,这两方面作用相互矛盾,当解束速度过高(大于 $500r/\min$)条件下,在脆性纤维的分解过程中就会加大对脆性纤维的撕扯力,从而造成对脆性纤维的破坏;而当解束速度过低则会减弱对脆性纤维的分解作用,从而影响脆性纤维的分散效果。解束的最佳速度为 $500r/\min$ 。

解束速度和传输速度对脆性纤维分散效果的影响见表 2。从表 2 可知,脆性纤维处理机的传输速度越高,分散效果也越理想,传输速度较低时,易造成纤维在输料管中产生堆积,但传输速度过高(大于 $650r/\min$)条件下,则会加速脆性纤维在高黏度胶料混合机中的加料速度,使得分散成单丝的脆性纤维在来不及与胶料混合时又重新聚集成纤维束^[3],因而最佳传输速度为 $650r/\min$ 。

表 2 解束速度和传输速度对脆性纤维分散效果的影响

序号	解束速度/ ($r \cdot \min^{-1}$)	传输速度/ ($r \cdot \min^{-1}$)	密度差/ %	拉伸强度/ MPa
1	400	550	5.59	3.55
	400	600	5.35	3.57
	400	650	4.93	3.98
2	450	550	4.91	3.99
	450	600	4.39	4.30
	450	650	4.10	4.43
3	500	550	4.26(纤维有堆积)	4.31
	500	600	3.96	5.00
	500	650	3.60	5.05

2.3 搅拌工艺对胶料分散混合程度的影响

在投料速度为 $15r/\min$,传输速度为 $650r/\min$,

解束速度为 500r/min 条件下,搅拌工艺对胶料分散混合程度的影响见表 3。从表 3 可知,搅拌速度低,搅拌时间短,则高黏度硅基绝热层胶料的混合效果较差,而搅拌速度过高,搅拌时间过长,则会导致碳纤维的断裂,通过测定高黏度硅基绝热层胶料密度差判定分散均匀程度,确定搅拌浆的最佳转速为 30r/min,最佳混合时间为 15min。研究结果表明,搅拌工艺对高黏度硅基绝热层胶料的分散混合程度有很大的影响。

表 3 搅拌工艺对胶料分散混合程度的影响

序号	转速/ (r·min ⁻¹)	混炼时 间/min	密度差/%	拉伸强 度/MPa
1	20	10	5.60	3.06
2	20	15	5.36	3.26
3	20	20	4.59	4.26
4	30	10	4.10	4.31
5	30	15	3.60	5.05
6	30	20	3.00(脆性纤维有少许断裂)	4.60
7	40	10	3.53(脆性纤维有少许断裂)	4.63
8	40	15	3.12(脆性纤维有断裂)	3.91
9	40	20	2.88(脆性纤维断裂严重)	3.66

2.4 最佳工艺制得胶料性能分析

最佳工艺制得的高黏度硅基绝热层胶料性能见表 4。从表 4 可以知,最佳工艺制得的高黏度硅基绝热层胶料的拉伸强度达到 5.05MPa,密度偏差为 3.60%,线烧蚀率为 0.008mm/s,综合性能良好。

表 4 最佳工艺制得的高黏度硅基绝热层胶料性能

序号	项目	实测值
1	拉伸强度/MPa	5.05
2	密度偏差/%	3.60
3	线烧蚀率/(mm·s ⁻¹)	0.008

3 结论

采用组合分散混合系统,成功制得高黏度硅基绝热层胶料。分散工艺、搅拌工艺对高黏度硅基绝热层胶料的分散混合程度有很大的影响。研究结果表明:搅拌速度低,搅拌时间短,则高黏度硅基绝热层胶料的混合效果较差;搅拌速度过高,搅拌时间过长,则会导致碳纤维的断裂,影响胶料的分散混合程度,在分散速度为 1000r/min,搅拌速度为 30r/min,搅拌时间为 15min,解束速度为 500r/min,传输速度为 650r/min 条件下,制得的高黏度硅基绝热层胶料的拉伸强度 5.05MPa,密度偏差 3.60%,绝热层线烧蚀率 0.008mm/s。

参考文献

- [1] 张艳,陈国辉,王吉贵.用于冲压发动机补燃室热防护的硅橡胶绝热层研究[J].火炸药学报,2007(3):65-68.
- [2] 高玉生,王鼎.玻璃纤维分散机:中国,97205231,CN 2343165[P].1999-10-13.
- [3] 何唯平.纤维分散输送机:中国,CN 144369A[P].2003-09-24.

收稿日期:2017-06-29

修稿日期:2018-08-28

(上接第 152 页)

- [11] 李海莹,刘峥,李庆伟,等.金属-有机骨架化合物在电化学中的应用研究进展[J].化工新型材料,2017,45(3):10-12.
- [12] Xu J Y, Zhai X P, Gao L F, et al. In situ preparation of a MOF-derived magnetic carbonaceous catalyst for visible-light-driven hydrogen evolution[J]. RSC Adv, 2016, 6(3): 2011-2018.
- [13] 胡天丁,贾庆明,苏红莹,等.MOFs 在废水处理中的应用[J].化工新型材料,2016,40(10):245-247.
- [14] Chen B L, Eddaoudi M, Yaghi O M, et al. Interwoven metal-organic framework on a periodic minimal surface with extra-large pores[J]. Science, 2001(291):1021-1023.
- [15] Karra J R, Grabicka B E, Walton K S, et al. Adsorption study of CO₂, CH₄, N₂, and H₂O on an interwoven copper carboxylate metal-organic framework (MOF-14)[J]. J Colloid Interface Sci, 2013, 392(392):331-336.
- [16] Liu Q, Yang J M, Sun W Y, et al. Controlled synthesis of porous coordination-polymer microcrystals with definite morphologies and sizes under mild conditions[J]. Chemistry, 2014, 20(45):14783-14789.

- [17] Pereira M C, Oliveira L C A, Murad E. Iron oxide catalysts: fenton and fenton-like reactions a review[J]. Clay Minerals, 2012, 47(3):3713-3722.
- [18] Geng J C, Qin L, Du X, et al. Synthesis, crystal structures, and catalytic properties of silver(I) and cobalt(II) coordination polymers based on flexible bis(benzimidazole) with pyridine-2,6-dicarboxylate[J]. Zeitschrift Für Anorganische und Allgemeine Chemie, 2012, 638(7/8):1233-1238.
- [19] Ramirez J H, Duarte F M, Martins F G, et al. Modelling of the synthetic dye orange II degradation using fenton's reagent: from batch to continuous reactor operation[J]. Chemical Engineering Journal, 2009, 148(2/3):394-404.
- [20] Etaiw S E H, Amer S A, El-Bendary M M. A mixed valence copper cyanide 3D-supramolecular coordination polymer containing 1,10-phenanthroline ligand as a potential antitumor agent, effective catalyst and luminescent material[J]. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 2011, 21(3):662-672.

收稿日期:2017-07-04

修稿日期:2018-08-25