



亚麻纤维增强聚乳酸复合材料的制备与性能表征

张文娜, 李亚滨

(天津工业大学 纺织学院, 天津 300160)

摘要 针对预成型件的铺层角度对复合材料力学性能产生影响的问题,以亚麻纤维为增强体,与聚乳酸纤维通过开松、混合、梳理工序制成预成型件后,采用模压成型工艺制备了亚麻纤维/聚乳酸复合材料。研究预成型件的各种铺层角度对复合材料拉伸、弯曲性能的影响,并通过扫描电镜讨论亚麻/聚乳酸复合材料的破坏机制以及拉伸断裂形貌。结果表明:铺层角度为 90° 时,复合材料横向拉伸、弯曲强度和模量最高;铺层角度为 0° 时,复合材料纵向拉伸、弯曲强度和模量最高。

关键词 亚麻纤维; 聚乳酸; 复合材料; 铺层角度; 力学性能

中图分类号: TQ 327.9 文献标志码: A

Fabrication and characterization of flax fiber reinforced polylactic acid composite

ZHANG Wenna, LI Yabin

(School of Textiles, Tianjin Polytechnic University, Tianjin 300160, China)

Abstract Since changing the angle of layer of performs will have an effect on the mechanical property of the composite, flax fiber was used as the reinforcing material in preparing the prefabricated material with polylactic acid fiber which had been subjected to opening, blending and carding. Then the prefabricated material was shaped into flax/PLA fiber composites by mould pressing technology. The effects of changing the different angle of layer of performs on the tensile and flexural strength of composite were studied, and the fracture mechanisms and fraction morphology of the composite were discussed by using scanning electron microscopy. The results show that the angle of layer of the composite at 90° has the best horizontal orientation tensile, blending strength and module; at 0° has the best vertical orientation tensile, bending strength and module.

Key words flax fiber; polylactic acid; composite; angle of layer; mechanical property

聚乳酸纤维(PLA)是以碳水化合物富集的物质(玉米、甜菜、土豆、山芋等)以及有机废弃物(玉米芯或其他农作物的根、茎、叶、皮等)为主要原料聚合所得到的高分子聚合物,废弃后在土壤等自然环境中最终能被完全分解为二氧化碳和水的生物性纤维。聚乳酸纤维不但具有高分子材料的基本性能,而且应用性能更为优良,对其的研究开发已成为热点。麻纤维具有高强低伸的特性,可自然降解,适合做复合材料增强体^[1-3]。本文以亚麻纤维为增强体,聚乳酸纤维作为基材制备复合材料,主要探讨亚麻/PLA的制备方法和力学性能,如预成型件的铺层角

度对复合材料拉伸、弯曲性能的影响,为进一步深入研究提供参考。

1 试验部分

1.1 材料

试验用亚麻纤维为新疆麻绒,半脱胶;聚乳酸纤维,国内生产的棉型短纤维。依据 GB 5886—1986《苧麻单纤维断裂强度试验方法》对亚麻单纤维断裂强度进行测量。由于亚麻纤维是半脱胶的工艺纤维,确定单根纤维较困难,本文试验用 YG011 型束

纤维强力仪测定亚麻纤维束的强度,通过计算得亚麻单纤维的断裂强度为 4.9 cN/dtex。同时测得聚乳酸纤维长度为 38 mm,线密度为 1.67 dtex;单纤维的断裂强度为 4.25 cN/dtex,断裂伸长率为 50%。

1.2 设备与仪器

在预成型件的制作过程中使用了 XFH 型小和毛机、AS181A 型梳棉试验机。在复合材料的制作过程中使用了 YTD71-45A 型塑料制品液压机,并在模压成型工艺中使用了 PMR 脱模剂,目的是使复合材料从液压机的上下模中脱落而对其没有损害。在测试过程中使用了 YG001A 型纤维电子强力仪,用于测定聚乳酸纤维的断裂强度;YG011 型束纤维强力仪;DSC-7 型差示扫描量热仪,用于测试纤维的热学性能;INSTRON 3369 型万能强力机,测试复合材料的拉伸、弯曲性能;Quanta 200 型环境扫描电子显微镜,用于分析复合材料拉伸断面的微观结构。

1.3 亚麻/PLA 复合材料的制备

1.3.1 预成型件的制备

根据国内外亚麻纤维增强复合材料的研究可知,亚麻纤维在复合材料中的含量不可过高或过低^[4-8]。根据预试验的结果,增强纤维的含量在 35% 左右时,复合材料的力学性能最好,所以本文试验中采用 PLA/亚麻纤维的配比为 65/35,复合材料板规格为(长×宽)250 mm×300 mm。试验中以定量 150 g 喂入纤维,则亚麻纤维和聚乳酸纤维的喂入质量按式(1)计算:

预成型件中纤维的质量 = 预成型件设定的总质量 × 纤维的质量分数 (1)

所以试验用亚麻纤维的质量 = 150 g × 35% = 52.5 g,聚乳酸纤维的质量 = 150 g × 65% = 97.5 g。

亚麻纤维长度长,含有麻皮、麻骨等杂质,因此,为了保证亚麻纤维和聚乳酸纤维的充分混合,且麻纤维块能被充分开松梳理,先在和毛机上将亚麻纤维和聚乳酸纤维进行初步的开松混合,为下一步的梳理做好准备。混合开松 3 次,这样可以改善混合纤维的长度、细度和整齐度而又不损伤纤维的性能。然后在梳棉试验机上将混合纤维进一步混合,并梳理成网。梳理 3 次,此时纤维网的成网质量较高且对纤维强力的破坏较小。将梳理的混合纤维网均匀分成 3 等份,铺网层数为 3。按照 0°、45°、90° 的铺层方式制备预成型件。

1.3.2 复合材料的模压成型

先在 YTD71-45A 型塑料制品液压机的上下模板上涂上 PMR 脱模剂,待脱模剂干后,将预成型件

放入上下模板间。复合材料的模压成型工艺流程如图 1 所示。

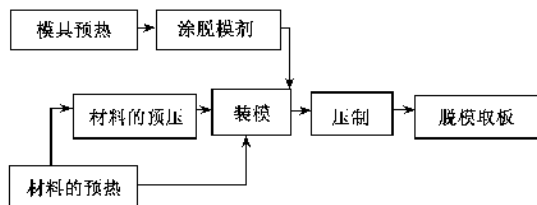


图 1 复合材料的模压成型工艺流程图

Fig. 1 Composite molding process flow chart

根据热重分析曲线分析得出聚乳酸纤维的熔点为 171 °C、亚麻纤维的热分解温度为 332 °C。模压温度下限应高于基体纤维的熔点,模压温度上限应低于增强纤维的热分解温度。又考虑到本文试验用模具为敞开式模具,所以将模压温度分别设定为 185、195、200 °C。经预试验证明,模压温度为 185 °C 时,聚乳酸纤维没有完全熔融,不能均匀地渗透到纤维之间,也不能较好地包覆在纤维表面形成很好的握持效果和强有力的支撑作用。模压温度为 200 °C 时,由于成型温度过高造成基体开始裂解,致使基体的握持性不良,握持强度下降,使纤维板的整体力学性能变差^[9],所以确定热压工艺参数为:预热时间 5 min,模压温度 195 °C,模压压力 8 MPa。

1.4 复合材料的性能测试

1.4.1 拉伸性能

参照 ASTM(D63814)标准和 GB 1447—1983《玻璃纤维增强塑料拉伸性能》,选择拉伸试样形状及尺寸如图 2 所示。由于纤维的梳理和铺网具有方向性,所以以梳理机梳出纤维网的方向为纵向,以纤维网幅宽方向为横向测试了复合材料的纵横向拉伸强度。测试条件为:拉伸速度 2 mm/min,温度 18 °C,湿度 50%。

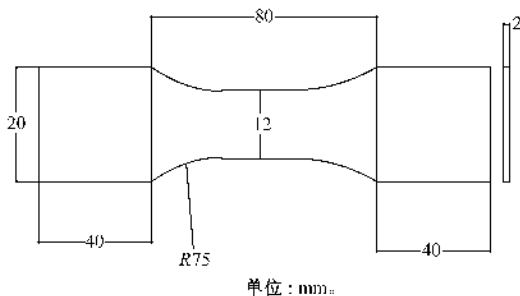


图 2 拉伸试样形状及尺寸

Fig. 2 Shape and size of tensile sample

1.4.2 弯曲性能

参照 ASTM(D790)标准和 GB 1449—1983《玻璃

纤维增强塑料弯曲性能»,选择弯曲试样形状及尺寸如图 3 所示。同样以梳理机梳出纤维网的方向为纵向,以纤维网幅宽方向为横向测试了复合材料的纵横弯曲强度。测试条件为:拉伸速度 2 mm/min,温度 18 ℃,湿度 50%。

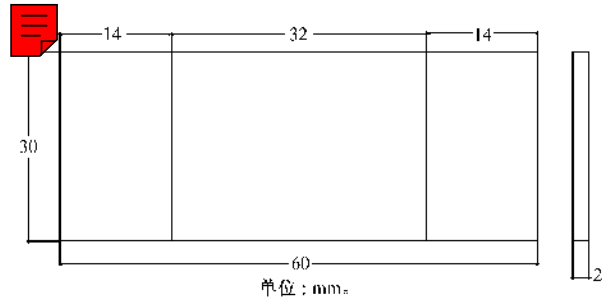


图 3 弯曲试样形状及尺寸

Fig.3 Shape and size of bending sample

2 结果与分析

2.1 铺层角度对材料横向力学性能的影响

试样的铺层过程中,纤维网分别采用“一”字、

“米”字和“十”字型铺层方法,即铺层角度 θ 分别为 0° 、 45° 和 90° 。当试样铺层角度为 0° 时,表示所铺设的每层纤维网的纬向都与试样长度方向一致,即试样铺层铺设形式为 $[0^\circ/0^\circ/0^\circ]$;当纤维网铺层角度为 45° 时,所铺每层纤维网的经纬向都与试样的长度方向成 45° ,即织物铺层铺设形式为 $[-45^\circ/0^\circ/+45^\circ]$ 。当织物铺层角度为 90° 时,所铺相邻 2 层纤维网的经纬向交替平行于试样的长度方向,即纤维网铺层铺设形式为 $[0^\circ/90^\circ/0^\circ]^{[10]}$ 。具体铺层顺序见图 4。试样的横向拉伸、弯曲性能测试结果如图 5 所示。图 5 表明,模压温度为 195°C ,增强体含量为 35% 时,不同铺层角度对复合材料横向拉伸、弯曲强度以及横向拉伸、弯曲模量的影响比较明显。 $\theta = 0^\circ$ 时,复合材料的拉伸、弯曲强度和模量都较低; $\theta = 45^\circ$ 时,复合材料的拉伸、弯曲强度和模量比 $\theta = 0^\circ$ 时有一定程度的提高,但横向拉伸强度和模量的提高幅度比横向弯曲强度和模量大; $\theta = 90^\circ$ 时,复合材料的拉伸、弯曲强度和模量比 $\theta = 45^\circ$ 时有较大的提高,且达到最大值,此时的拉伸、弯曲强度分别为 17.8、21.0 MPa;拉伸、弯曲模量分别为 1.54、1.78 GPa。

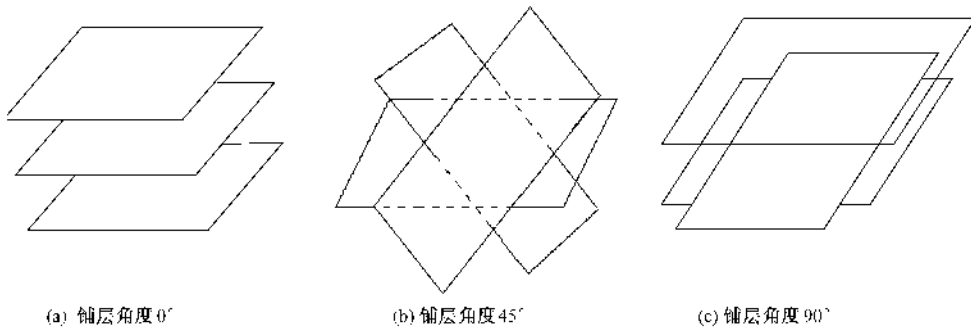


图 4 铺层示意图

Fig.4 Schematic diagram of layer.(a) Layer 0° ;(b) Layer 45° ;(c) Layer 90°

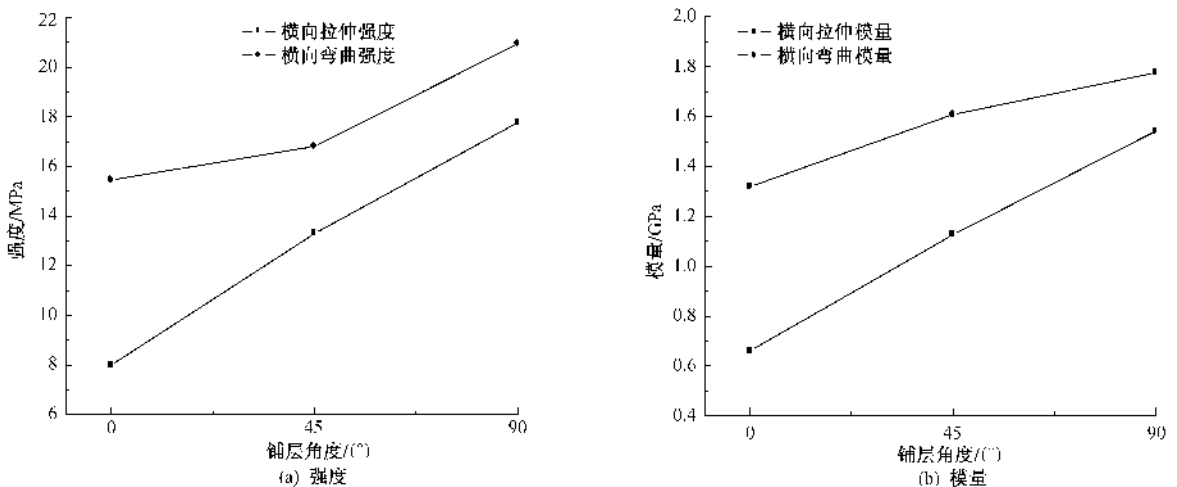


图 5 铺层角度对复合材料横向力学性能的影响

Fig.5 Influence of angle of layer on horizontal mechanical properties of composite.(a) Strength;(b) Module

在横向拉伸、弯曲试验中,当试样铺层角度为 90°时,抵抗试样的拉伸破坏应力主要由经向的纤维承受;当试样铺层角度为 0°时,抵抗试样的拉伸破坏应力主要由纬向的纤维承受;当试样铺层角度为 45°时,经纬向的纤维共同承受拉伸应力的破坏作用。因此,这便造成当试样铺层角度为 45°时,材料能承受应力破坏的水平高于试样铺层角度为 0°时所能承受的应力破坏水平,而当试样铺层角度为 90°时,材料所能承受的应力破坏水平又比试样铺层角度为

45°时高的现象。由此可知,具有一定方向性的短纤维复合材料的断裂性能与纤维排列方向有关。

2.2 铺层角度对材料纵向力学性能的影响

试样的纵向拉伸、弯曲性能测试结果如图 6 所示。由图可知,当模压温度为 195 °C,增强体的含量为 35% 时,试样纵向拉伸、弯曲强度和纵向拉伸、弯曲模量都以铺层角度 $\theta = 0^\circ$ 时为最好,此时纵向拉伸、弯曲强度分别为 23.2、28.1 MPa,纵向拉伸、弯曲模量分别为 1.72、3.27 GPa; $\theta = 90^\circ$ 时次之; $\theta = 45^\circ$ 时为最小。

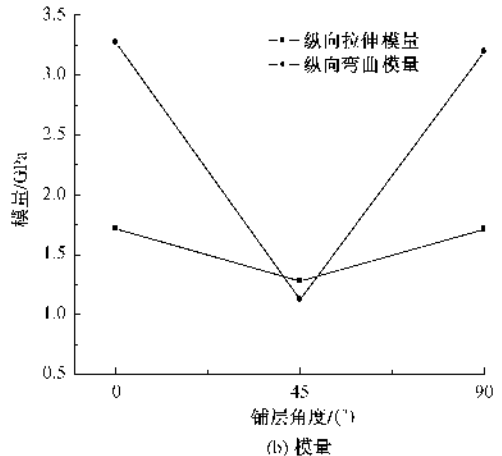
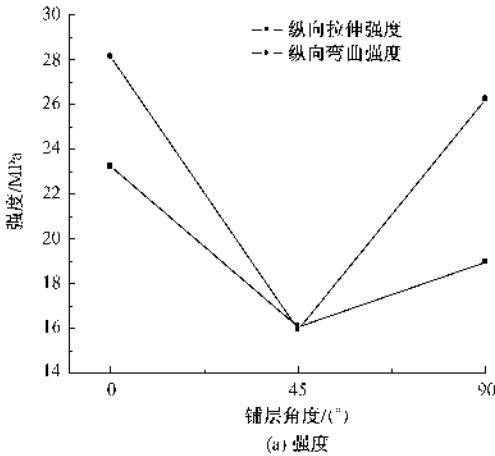


图 6 铺层角度对复合材料纵向力学性能的影响

Fig.6 Influence of angle of layer on vertical mechanical properties of composite. (a) Strength; (b) Module

当试样受力弯曲时,裂纹先从试样底部产生。随着作用力的增加,裂纹沿着试样截面逐渐扩展。在断裂过程中,破坏试样不仅要破坏聚乳酸基体,还要破坏试样及试样和基体间的界面。在试样的弯曲强度比基体弯曲强度、界面粘结强度大得多的情况下,复合材料的纵向弯曲强度主要由试样控制。

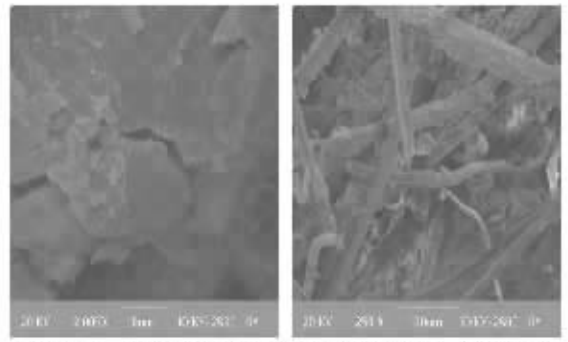
在纵向拉伸、弯曲试验中,当试样铺层角度为 90°时,试样抵抗应力破坏主要由纬向的纤维承受;当试样铺层角度为 0°时,试样抵抗应力破坏主要由经向的纤维承受;当试样铺层角度为 45°时,经纬向的纤维共同承受应力破坏作用。因此,这便造成当试样铺层角度为 0°时,材料所能承受应力破坏的水平最高的现象。

2.3 试样的拉伸断面形貌

图 7 为模压温度为 195 °C,增强体含量为 35% 时所制得的复合材料横向拉伸断面的 SEM 照片。

从图 7 可看出,在本文的拉伸测试条件下,复合材料的拉伸断裂主要为基体开裂、增强纤维与基体脱胶、纤维被抽拔出以及纤维断裂。在拉伸断裂的初期,聚乳酸树脂基体受到拉伸作用开裂;树脂开裂造成应力集中,接着会产生大量的微观破裂,导致增

强纤维与基体脱胶;接着复合材料板的变形量增加,部分纤维受拉伸作用,从树脂基体中脱出;当复合材料的变形量超过纤维的拉伸断裂极限时,纤维出现断裂。另外,从图中还可看出,树脂的断裂面较平整,表明聚乳酸树脂具有脆性断裂的特点;此外,界面结合处存在一定数量的空隙,这也是导致复合材料断裂的主要因素之一,表明增强相与基体树脂间



1a: 基体开裂、增强纤维与基体脱胶; 1b: 纤维被抽拔出、纤维断裂

图 7 复合材料横向拉伸断面 SEM 照片

Fig.7 Horizontal tensile-section SEM images of composite.

(a) Matrix crazed, reinforced fibers and matrix degummed; (b) Fibers were extracted and fibers ruptured

的界面结合强度还有待于进一步的增强,复合材料的力学性能还有提高的空间。

3 结 论

1)在模压温度、模压压力、增强纤维含量一定的条件下,复合材料板的横向拉伸、弯曲强度和模量在铺层角度 $\theta = 90^\circ$ 时达到最大:横向拉伸、弯曲强度分别为 17.8、21.0 MPa;横向拉伸、弯曲模量分别为 1.54、1.78 GPa。

2)在模压温度、模压压力、增强纤维含量一定的条件下,复合材料板的纵向拉伸、弯曲强度和模量在铺层角度 $\theta = 0^\circ$ 时达到最大:纵向拉伸、弯曲强度分别为 23.2、28.1 MPa;纵向拉伸、弯曲模量分别为 1.72、3.27 GPa。

3)本文试验中复合材料板的拉伸断裂主要为基体开裂、增强纤维与基体脱胶、纤维被抽拔出以及纤维断裂。增强体与基体间的界面结合处还存在一定数量的空隙,表明增强相与基体树脂间的界面结合强度还有待于进一步提高。

FZXB

参考文献:

[1] 李全明,邱发贵,张梅,等.聚乳酸纤维的开发和应用[J].现代纺织技术,2008(1):52-55.
LI Quanming, QIU Fagui, ZHANG Mei, et al. Development and application of PLA fiber[J]. Modern Textile Technology, 2008(1): 52-55.

[2] 沈发治.多用途绿色新材料聚乳酸及其制备[J].扬州工业职业技术学院学报,2006,3(2):22.
SHEN Fazhi. New multi-usage green material, polylactic acid and production[J]. Journal of Yangzhou College of Industrial Technology, 2006, 3(2): 22.

[3] 李正红.竹纤维增强聚丙烯复合材料的研究[J].福建林学院学报,2005,25(3):197.
LI Zhenghong. Study on bamboo's fiber reinforced polypropylene composite[J]. Journal of Fujian College of

Forestry, 2005, 25(3): 197.

[4] 王春红,王瑞,沈路,等.亚麻落麻纤维/聚乳酸基完全可降解复合材料的成型工艺[J].复合材料学报,2008,25(2):63-67.
WANG Chunhong, WANG Rui, SHEN Lu, et al. Forming technology of flax noil fibers reinforced polylactide biodegradable composites [J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2008, 25(2): 63-67.

[5] 袁利华,韩建,徐国平.可降解 PLA/黄麻新型复合材料的制备与力学性能[J].浙江理工大学学报,2007,24(1):28-31.
YUAN Lihua, HAN Jian, XU Guoping. Processing technics and mechanical behaviors of biodegradable PLA/jute fiber composites [J]. Journal of Zhejiang Sci-Tech University, 2007, 24(1): 28-31.

[6] OKSMAN K, SKRIFVARS M, SELIN J F. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites [J]. Composites Science and Technology, 2003, 63 (9): 1317-1324.

[7] 韩建,袁利华,徐国平.PLA/黄麻复合层压材料的降解性能分析[J].纺织学报,2008,29(8):48-51.
HAN Jian, YUAN Lihua, XU Guoping. Analysis of degradation properties of PLA/jute multi-layer composites[J]. Journal of Textile Research, 2008, 29(8): 48-51.

[8] 王春红,王瑞,于飞,等.竹原/亚麻复合材料力学性能的模糊评判[J].纺织学报,2007,28(3):34-37.
WANG Chunhong, WANG Rui, YU Fei, et al. Fuzzy evaluation of the mechanical properties of bamboo/flax composites [J]. Journal of Textile Research, 2007, 28(3): 34-37.

[9] 高春燕.黄麻/聚丙烯纤维板成型工艺及阻燃性能研究[D].上海:东华大学,2005.
GAO Chunyan. Study on shaping process and flame retardance of jute/polypropylene fiber compound plate[D]. Shanghai: Donghua University, 2005.

[10] 俞巧珍.织物铺层方式对水泥基复合材料力学性能的影响[J].建筑材料学报,2005,8(4):378-382.
YU Qiaozhen. Influence of laying style of fabric layer on mechanical properties of cement composites [J]. Journal of Building Materials, 2005, 8 (4): 378-382.