



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104059247 A

(43) 申请公布日 2014. 09. 24

(21) 申请号 201410245397. 0

C09C 3/08 (2006. 01)

(22) 申请日 2014. 06. 05

(71) 申请人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路 15 号

(72) 发明人 冯亚菲 姜恒 陈猛 王育人

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理
事务所 (普通合伙) 11390

代理人 胡剑辉

(51) Int. Cl.

C08K 9/04 (2006. 01)

C08K 3/24 (2006. 01)

C08K 7/06 (2006. 01)

C08K 7/00 (2006. 01)

C08K 3/04 (2006. 01)

C09C 1/36 (2006. 01)

C09C 3/06 (2006. 01)

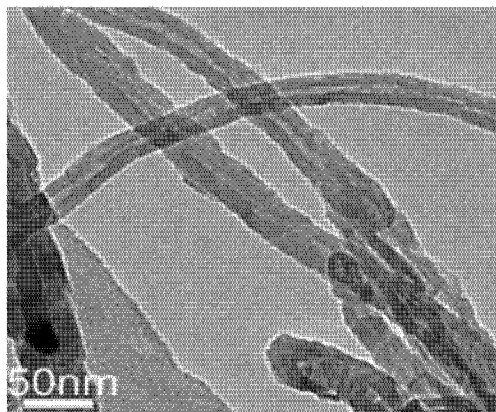
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种压电陶瓷和碳材料的复合制备方法

(57) 摘要

本发明提供的是一种压电陶瓷和碳材料的复合制备方法。采用顺丁烯二酸分别对压电陶瓷粒子与碳材料(碳纳米管、碳纤维或石墨烯等)进行表面修饰,利用顺丁烯二酸具有双头羧酸的特性,实现压电陶瓷和碳材料(碳纳米管、碳纤维或石墨烯等)的复合制备,以期提高其作为压电导电相的高分子复合材料阻尼性能。该技术弥补了现有在聚合物材料中混掺压电相与导电相工艺的不足,降低了两相接触的随机性,使其获得了更有效接触。



1. 一种压电陶瓷和碳材料的复合制备方法,其特征在于包括如下步骤:
 - (1) 将压电陶瓷粉进行筛分,保留粒径在 $2\mu\text{m}$ 以下的粉体;
 - (2) 将 $15\sim 30\text{g}$ 顺丁烯二酸超声溶解于 $100\sim 150\text{ml}$ 乙醇,再向含顺丁烯二酸的乙醇溶液中加入 $10\sim 30\text{g}$ 压电陶瓷粉,超声 $30\sim 60$ 分钟;
 - (3) 另取 $15\sim 30\text{g}$ 顺丁烯二酸超声溶解于 $100\sim 150\text{ml}$ 乙醇,再向该溶液中加入 $0.2\sim 0.5\text{g}$ 碳材料,超声 $30\sim 60$ 分钟;
 - (4) 将上述步骤 (2) 和 (3) 所得的悬浮液混合,室温下磁力搅拌 $36\sim 60$ 小时;
 - (5) 用乙醇离心清洗压电陶瓷 / 碳复合材料,至提洗液 pH 值近弱酸或中性,干燥。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,所述碳材料包括碳纳米管、碳纤维或石墨烯。
3. 根据权利要求 1 所述的方法,所述顺丁烯二酸是双头羧酸。
4. 根据权利要求 2 所述的方法,所述碳纳米管是多壁碳纳米管,外径是 $50\text{nm}\sim 100\text{nm}$,长度是 $10\sim 20\mu\text{m}$ 。
5. 根据权利要求 1 所述的方法,所述压电陶瓷粉是铌镁锆钛酸铅 (PMN),其粒子尺寸为 $200\text{nm}\sim 5000\text{nm}$ 。

一种压电陶瓷和碳材料的复合制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及的是一种压电陶瓷和碳材料（碳纳米管、碳纤维或石墨烯等）的复合制备方法。

背景技术

[0002] 随着各种机器设备运转速度越来越高，振动造成的破坏问题成为高速旋转的机械以及大型工程结构的主要困扰问题。为了解决这种振动疲劳造成的破坏问题，阻尼技术作为一种有效的减振降噪技术得到了广泛的关注与研究。

[0003] 目前，阻尼材料主要包括传统的粘弹性阻尼材料和智能型阻尼材料。与传统的粘弹性阻尼材料相比，由于智能型阻尼材料引入了新的吸振机理而使其减振效果往往优于传统的粘弹性阻尼材料，因此引起了人们极大的研究兴趣。已产生了一系列的新型阻尼材料，如液晶聚合物（LCPs）阻尼材料、智能磁致伸缩（MS）阻尼材料、电流变阻尼材料和压电阻尼材料等。其中被大家较为关注的便是压电阻尼材料。

[0004] 上个世纪 90 年代，基于粘弹性和压电特性的协同，日本学者 Sumita M 等将炭黑与压电陶瓷粒子填充到聚合物基体中，开发出了压电导电阻尼复合材料。该类复合材料的吸振机理基于先将振动机械能通过压电陶瓷粒子的压电性转化成电能，再利用炭黑在整个复合材料体系中形成的导电网络转换成热能从而损耗出去。后来，大量的研究都集中在使用不同种类和质量的压电相与导电相混掺的方法来改善阻尼复合材料的性能，并且几乎所有研究都提出了压电相与导电相的有效接触是提高材料阻尼性能的必要条件。然而，鉴于大多数压电材料与导电材料原位生长技术的复杂性，目前尚未见有关在高分子基体材料中引入压电 / 导电复合材料的相关报道。我们采用顺丁烯二酸分别对压电陶瓷粒子与碳材料（碳纳米管、碳纤维或石墨烯等）进行表面修饰，利用顺丁烯二酸具有双头羧酸的特性，实现压电陶瓷和碳材料（碳纳米管、碳纤维或石墨烯等）的复合制备。该技术弥补了现有在 高分子基体材料中混掺压电相与导电相工艺的不足，获得了压电陶瓷和碳材料的更有效接触。本发明所提出的是一种具有普适性的制备压电 / 导电复合材料的方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提出一种具有普适性的用于制备各种压电陶瓷 / 碳复合材料的方法。其中，陶瓷材料包括 PZT 和 PMN 等，碳材料包括碳纳米管、碳纤维和石墨烯等。本发明中所提出的压电陶瓷 / 碳复合材料的制备方法还具有工艺简单、成本低等优点。该方法的具体步骤为：

[0006] (1) 将压电陶瓷粉进行筛分，保留粒径在 $2\mu\text{m}$ 以下的粉体；

[0007] (2) 将 15 ~ 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 100 ~ 150ml 乙醇，再向含顺丁烯二酸的乙醇溶液中加入 10 ~ 30g 压电陶瓷粉，超声 30 ~ 60 分钟；

[0008] (3) 另取 15 ~ 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 100 ~ 150ml 乙醇，再向该溶液中加入 0.2 ~ 0.5g 碳材料，超声 30 ~ 60 分钟；

- [0009] (4) 将上述步骤 (2) 和 (3) 所得的悬浮液混合, 室温下磁力搅拌 36 ~ 60 小时;
- [0010] (5) 用乙醇离心清洗压电陶瓷 / 碳复合材料, 至提洗液 pH 值近弱酸或中性, 干燥。
- [0011] 进一步地, 所述碳材料包括碳纳米管、碳纤维或石墨烯。
- [0012] 进一步地, 所述顺丁烯二酸是双头羧酸。
- [0013] 进一步地, 所述碳纳米管是多壁碳纳米管, 外径是 50nm ~ 100nm, 长度是 10-20 μ m。
- [0014] 进一步地, 所述压电陶瓷粉是铌镁锆钛酸铅 (PMN), 其粒子尺寸为 :200nm ~ 5000nm。
- [0015] 与现有技术相比, 本发明的有益效果是 :用顺丁烯二酸分别对压电陶瓷粒子与碳材料 (碳纳米管、碳纤维或石墨烯等) 进行表面修饰, 利用顺丁烯二酸具有双头羧酸的特性, 实现压电陶瓷和碳材料 (碳纳米管、碳纤维或石墨烯等) 的复合制备, 以期提高其作为压电导电相的高分子复合材料阻尼性能。该技术弥补了现有在高分子材料中混掺压电相与导电相工艺的不足, 降低了两相接触的随机性, 使其获得了更有效接触。

附图说明

- [0016] 图 1 为多壁碳纳米管透射照片。
- [0017] 图 2 为筛分后的铌镁锆钛酸铅粉扫描照片。
- [0018] 图 3 为铌镁锆钛酸铅 / 多壁碳纳米管复合物扫描照片。

具体实施方式

- [0019] 下面是用于实例的材料
- [0020] 无水乙醇 :分析纯, 北京化工厂。
- [0021] 顺丁烯二酸 :分析纯, 国药集团化学试剂有限公司。其是双头羧酸。
- [0022] 铌镁锆钛酸铅 (PMN) :购自河北省保定市宏声声学电子器材有限公司。其粒子尺寸为 :200nm ~ 5000nm。
- [0023] 碳纳米管 :购自北京纳辰科技发展有限责任公司。其是多壁碳纳米管, 外径是 50nm ~ 100nm, 长度是 10-20 μ m。
- [0024] 具体地, 压电陶瓷和碳材料 (碳纳米管、碳纤维或石墨烯等) 的复合制备方法, 其包括如下步骤 :
- [0025] (1) 将压电陶瓷粉进行筛分, 保留粒径在 2 μ m 以下的粉体 ;
- [0026] (2) 将 15 ~ 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 100 ~ 150ml 乙醇, 再向含顺丁烯二酸的乙醇溶液中加入 10 ~ 30g 压电陶瓷粉, 继续超声 30 ~ 60 分钟 ;
- [0027] (3) 另取 15 ~ 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 100 ~ 150ml 乙醇, 再向该溶液中加入 0.2 ~ 0.5g 碳材料 (碳纳米管、碳纤维或石墨烯等), 继续超声 30 ~ 60 分钟 ;
- [0028] (4) 将上述步骤 2 和 3 所得的悬浮液混合, 室温下磁力搅拌 36 ~ 60 小时 ;
- [0029] (5) 用乙醇离心清洗压电陶瓷 / 碳复合材料, 至提洗液 pH 值近弱酸或中性, 干燥。
- [0030] 更具体的实施例如下 :
- [0031] 1. 将 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 150ml 乙醇, 再向含顺丁烯二酸的乙醇溶液中加入 26g 铌镁锆钛酸铅, 继续超声 30 分钟。

[0032] 2. 另取 30g 顺丁烯二酸超声溶解于 150ml 乙醇,再向该溶液中加入 0.4g 多壁碳纳米管,继续超声 30 分钟。

[0033] 3. 将上述步骤 1 和 2 悬浮液混合,室温下磁力搅拌 48 小时。

[0034] 4. 用乙醇离心清洗铌镁锆钛酸铅 / 多壁碳纳米管复合物,至提洗液 pH 值近弱酸或中性,干燥。

[0035] 以上所述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。

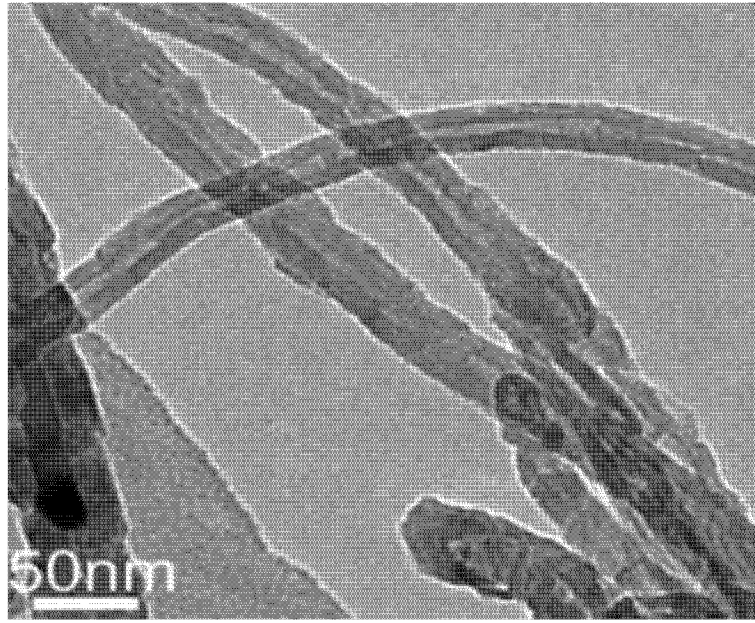


图 1

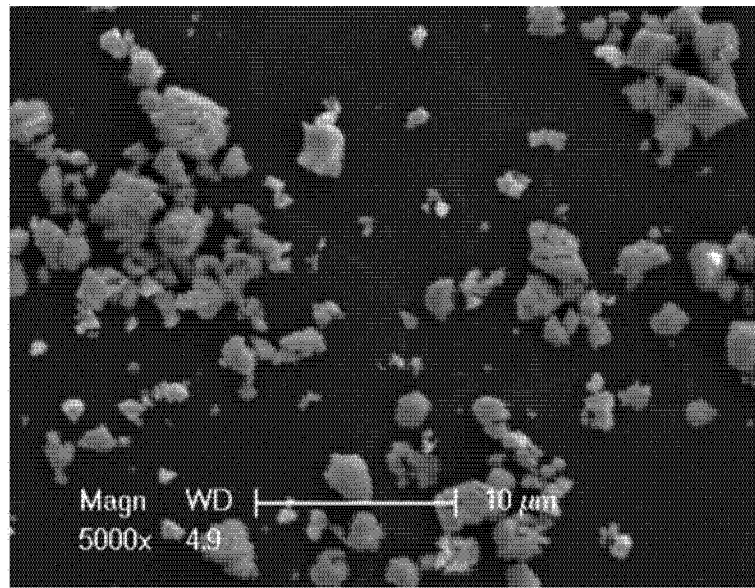


图 2

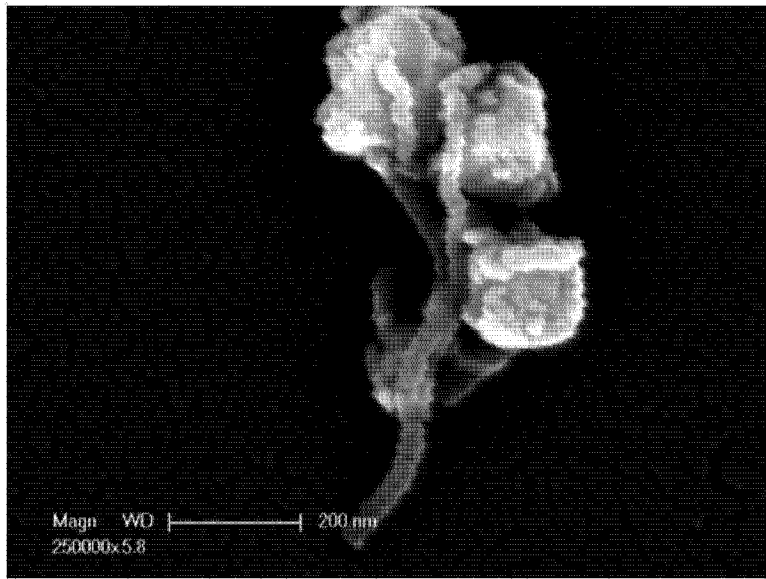


图 3