

玻璃纤维增强环氧型应变计基底材料的研制*

王 铢

卞 明

(哈尔滨工业大学应用化学系) (黑龙江化工设计规划院)

TH 823.3
TQ 323.5

摘要 为满足传感器应变计基底材料的特殊要求,制备了玻璃纤维增强环氧型基底材料。选择适当的溶剂与填料,研究确定了最佳固化条件,测定了该材料的主要性能,并与国内外样品进行对比分析。

关键词 箔式应变计; 基底材料; 传感器

分类号 TQ316.314

环氧树脂
玻璃纤维

应变计技术随着微机技术的应用和传感器技术的发展,目前已迅速应用在各学科领域。人们对箔式电阻应变计的要求也愈来愈高,因此高性能的基底材料(基底胶)的研制显得十分重要。作为理想的基底材料一般应具备以下特性:能准确、迅速地传递被测物的应变;有较好的成膜性、粘贴性及绝缘性;蠕变小;机械滞后小;并具有一定的抗蚀性和相当的贮存期。由于基底材料多方面的性能要求,现有的材料(应变胶及结构胶)很难满足上述要求,故需进行各种改性研究。

众所周知,环氧树脂具有良好的粘附性、抗蠕变性、绝缘性,但也存在着质脆的缺点,为此本文以聚砜与酚氧匹配增韧多官能环氧AG-80体系(ASP)为主体,以芳香胺为固化剂进行筛选,得到了既满足工艺要求又满足力学性能要求的基底材料。

1 实验部分

1.1 原材料

| | |
|-------------------|-------|
| 四官能环氧树脂 AG-80 | 上海树脂所 |
| 30# 亚胺 | 上海树脂所 |
| 聚砜-酚氧 | 自制 |
| 4, 4'-二胺基二苯砜(DDS) | 北京化工厂 |
| 环己酮 | 绥化化工厂 |

收稿日期: 1997-10-08

王 铢, 男, 1967 年生, 讲师, 哈尔滨工业大学应用化学系(150001)。

* 哈尔滨市青年科学基金资助项目(9561218030)

玻璃纤维 南京玻璃纤维设计院

康铜试片 上海有色金属所

康铜箔 北京钢铁研究院

康铜电极 北京钢铁研究院

1.2 合成工艺

在装有搅拌器、温度计、冷凝管的三口瓶中加入 AG-80 环氧树脂、聚砜-酚氧树脂、环己酮等, 常温下搅拌均匀, 然后加热 2 小时, 冷却后分别加入 DDS 及玻璃纤维搅拌均匀。

1.3 使用工艺

(1) 胶液粘度的调配

根据使用单位的制片工艺不同, 要求的粘度亦不同。如有超净室设备的单位, 以离心机甩胶制造, 则选用稠胶较为合适; 如用玻璃板采用流延法制片的工艺, 则选用稀胶为宜。

(2) 涂底胶

多余的胶, 则在箔材上均匀地留下一层胶, 放在离心机上甩胶, 控制一定转速及时间, 然后将细片取下, 放入烘箱加热固化。

1.4 性能测试

| | |
|-------------------|--------------------|
| DSC-4 型差动热分析仪 | 美国 Perkin Elmer 公司 |
| Peritograph 型热失重仪 | 匈牙利 |
| TSM 35C 型扫描电镜 | 日本日立公司 |
| WTW-10T 拉力机 | 东德 |

ZC-36型超高阻微电流测试仪 上海第六电表厂
测力称重传感器 50kgf 中国计量科学院

2 结果与讨论

2.1 固化剂用量的确定

实验分别测定了不同 DDS 含量对 ASP 体系剪切强度、 T_g 、 T_c 性能指标。从表中可以看出改变固化剂的用量对于 T_g 、 T_c 的影响不大。从剪切强度指标考虑,以实验 3 的用量为最佳(见表 1)。

表 1 DDS 用量以 ASP 体系性能的影响

Table 1 Effect of DDS content on properties of ASP system

| 序号 | AG-80 | DDS | 剪切强度 (g) | 玻璃化温度 (MPa) | T_g (℃) | T_c (℃) |
|----|-------|------|-------------|----------------|-----------|-----------|
| 1 | 1 | 0.35 | 9.1 | 150 | 221 | |
| 2 | 1 | 0.40 | 10.3 | 152 | 223 | |
| 3 | 1 | 0.45 | 12.7 | 155 | 224 | |
| 4 | 1 | 0.50 | 11.4 | 155 | 225 | |

2.2 固化温度的确定

以上述最佳固化剂用量作三组不同升温速度 β 值的 DTA 曲线,由曲线拐点可知不同升温速度条件下的起始反应温度 T_b , 峰值反应温度 T_m (见表 2)。

表 2 不同升温速度下的 T_b 、 T_m 值

Table 2 T_b 、 T_m value at different temperature rise rate

| 升温速率(℃/分) | T_b (℃) | T_m (℃) |
|-------------|-----------|-----------|
| $\beta=4.8$ | 180 | 222 |
| $\beta=6.0$ | 190 | 248 |
| $\beta=8.0$ | 200 | 255 |

因为起始反应温度 T_b , 峰值反应温度 T_m 随升温速度 β 的增加而增大, 因此需测不同 β 值下的 T_b 与 T_m , 并外推求出 $\beta=0$ 时的温度。考虑到体系在 220 ℃ 左右出现热失重, 故仅用 T_b 数据作 $\beta-T_b$ 曲线, 并将曲线外推到 $\beta=0$ (见图 1) 得 $T_{b0}=156$ ℃ 为起始交联固化温度。

由上述实验确定 ASP 体系在 190 ℃ 固化温度应在 $T_{b0} \sim T_c$ 之间, 即 156 ~ 220 ℃。

根据上述结果, 确定固化工艺温度如下:

(1) 制片阶段: 由于还涉及去掉光刻胶, 固化过程分阶段如下进行:

| | | |
|-------|-------|-------|
| 80 ℃ | 120 ℃ | 160 ℃ |
| → (1) | → (2) | → (3) |
| 2 小时 | 2 小时 | 2 小时 |

(2) 在贴片阶段: 传感器在制造时为保证其性能的稳定性, 必须进行人工时效。经实验确定在 190 ℃ 条件下, 2 小时处理即可。

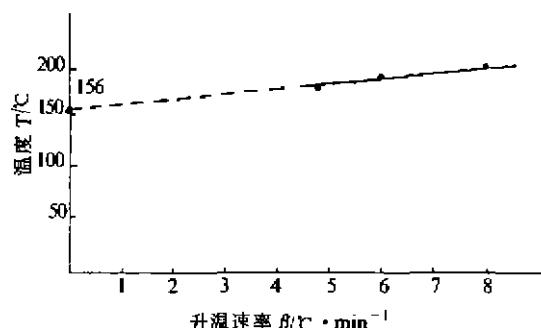


图 1 外推法确定起始反应温度

Fig.1 Determination of curing temperature by extrapolation

2.3 填料的影响

在胶粘剂中加入填料可降低热膨胀系数和收缩性, 增加柔韧性、耐热性和机械强度, 提高试件尺寸稳定性, 消除试件的成型应力, 不易发生裂纹, 使胶的耐化学药品性得到改善, 使用寿命延长, 并能控制胶的流动性。

作为基底胶的填料, 本文选用无碱超细玻璃纤维, 其成份为铝硼硅酸盐, 具有质轻、高强度、耐高温、耐腐蚀、吸湿性低、伸长小、电绝缘性好等一系列优点。

本文曾用扫描电镜与国外样品进行对比, 图 2(a), 2(b), 2(c) 分别为西德 HEM 公司玻璃纤维增强的箔式应变计, 以及美国 BLH 公司和日本共和公司所生产的同类应变计与用国产玻璃纤维增强的箔式应变计图 2(d) 的对比。从照片估计的纤维直径数据可知国产玻璃纤维很粗, 约为 20 μ 。而纤维越细, 纤维强度越好, 且比表面增大与基体复合效果好, 成膜性与柔韧性好, 故该材料具有进一步改进的潜力。

2.4 溶剂的选择

溶剂的选择应考虑溶剂的溶解性和沸点两方面因素。这是因为良性溶剂能与被粘物表面形成较好的表面浸润, 产生高粘结强度和剥离强度; 而高沸点溶剂由于其挥发速度慢, 在固化过程中溶剂逐渐挥发, 不易产生表面缺陷和内应力。为此, 溶剂的选择应依据溶解度参数及沸点(见表 3)综合考虑。

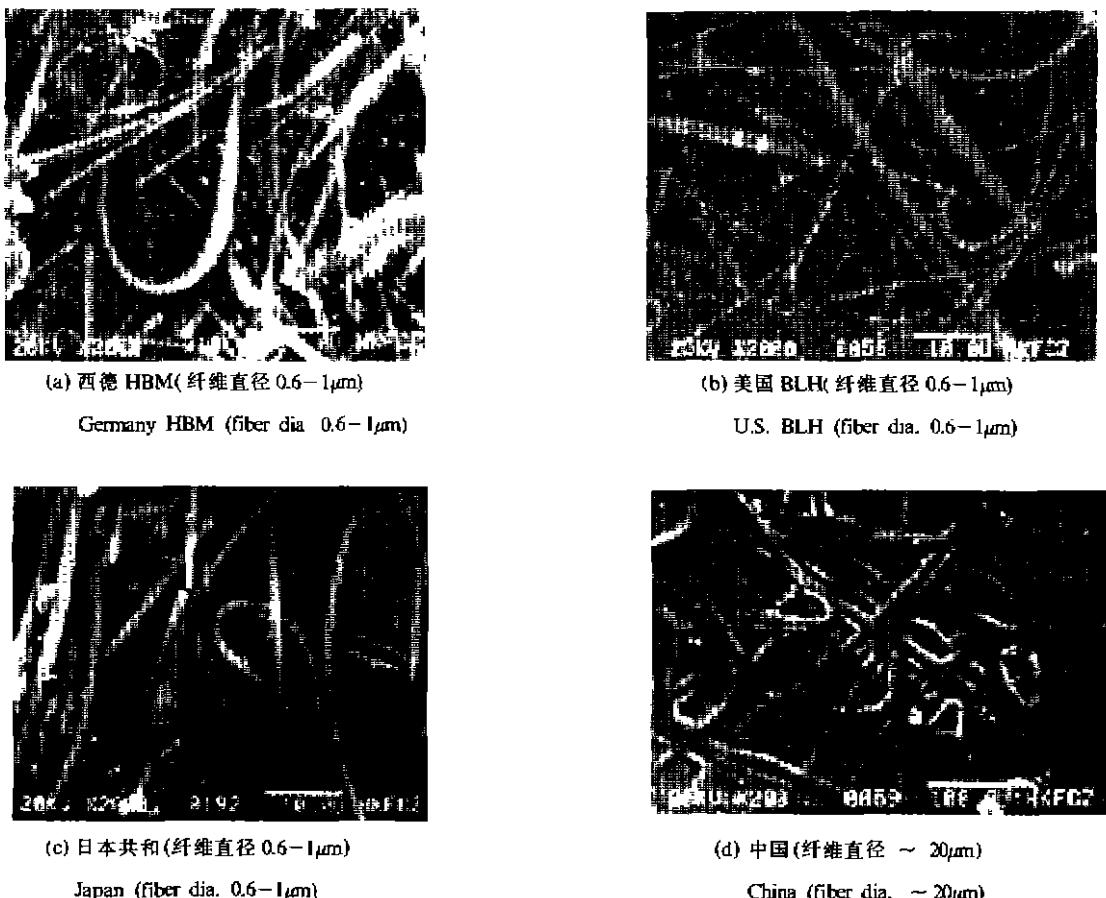


图2 各国应变片扫描电镜照片

Fig.2 SEM photographs of strain gauges

表3 树脂与溶剂性能参数

Table 3 Characteristic parameters of resin and solvent

| 名称 | 溶解度参数 $(J/m^3)^{1/2} \cdot 10^{-3}$ | 沸点(℃) |
|------|-------------------------------------|-------|
| 环氧树脂 | 19.8 ~ 22.3 | |
| 环己酮 | 20.2 | 155.6 |

从表中可以看出, 环己酮沸点高达 155.6 ℃, 溶解度参数与环氧树脂相近, 为良性溶剂故选用环己酮。

2.5 基底材料的主要性能指标与国内产品对比

基底材料的主要性能指标见表 4。

表4 基底材料的主要性能指标

Table 4 Major properties of substrate

| 名称 | 剥离强度(g/m) | 电阻率(欧姆·厘米) |
|--------|-----------|-------------------|
| ASP | 45 | 1.0×10^6 |
| 30# 亚胺 | ~ 40 | 1.4×10^6 |

2.6 制成应变计性能与国内外产品对比

由于应变计是一种高度灵敏的传感元件, 它的信号又十分微弱, 在测试过程中极易受各种因

素影响而使测量结果产生相当误差。非线性、重复性、机械滞后、零点漂移、蠕变等项指标对负荷传感器来说都很重要。本文研制的 ASP 基底材料经中国计量科学院采用未经表面化学处理康铜箔制成应变计, 粘贴用 PE-2 胶于 50kgf 的传感器上, 经反复实验确认该胶的成膜性好, 制成的应变计平整, 粘贴成测力称重传感器, 其线性、重复性、滞后等分别达到较高指标(见表 5), 其疲劳寿命为 10^5 。

表5 国内外各类型基底材料制成的传感器性能对比

Table 5 Comparison of properties of transducer made home and abroad

| 性能参数 | BLH(美) | Avery(英) | HBM(德) | 30# 亚胺 | ASP |
|---------|--------|----------|--------|-------------|-------|
| 非线性 %FS | 0.030 | 0.020 | 0.015 | 0.010~0.013 | 0.013 |
| | | | | | 0.030 |
| 重复性 %FS | 0.010 | 0.015 | 0.010 | 0.030 | 0.016 |
| 滞后 %FS | 0.020 | 0.015 | 0.015 | 0.040 | 0.012 |
| 蠕变 %FS | 0.015 | 0.015 | 0.025 | 0.030 | 0.030 |

(下转第 41 页)

Numerical Study on Thermal Dark Spatial Optical Solitons under Odd Boundary Condition

Lu Hong Xu Jiandong Li Chunfei Hong Jing
(Dept. of Applied Physics, HIT)

Abstract The propagation characteristic of thermal dark spatial optical solitons is simulated by the step Fourier method from the classical nonlinear Schrodinger equation, and the stability of black solitons is proved.

Key words dark spatial optical solitons; thermal nonlinear effect; step Fourier method; odd boundary condition

(上接第34页)

3 结论

(1)采用环氧-玻璃纤维为主体的基底材料可制成箔式应变计,用于精密静测传感器中,效果良好。

(2)该胶的特点为工艺简便,可不加压固化,成膜性好,制成应变计平整,性能参数优于30#亚胺。

参 考 文 献

- 1 渡边理著, いづみら"ーシ"とその应用. 日刊工业新闻社出版, 1977. 16~18
- 2 Potter W G. Epoxy Resin. Landon: Iliffe Book, 1970. 132
- 3 亢雅君等. 环氧胶粘剂的韧性及增韧机理. 中国胶粘剂. 1997, (2): 4

Study on Substrate of Foilstrain Gage Made from Glass Fiber Reinforced Epoxy Resin

Wang You Bian Ming
(Dept. of Applied Chemistry, HIT) (Hei Longjiang Provincial Ch.E. Design Ins.)

Abstract Glass fiber reinforced epoxy resin is synthesized to meet the demand for substrates of foilstrain gages. The best curing condition is studied with solvent and filler properly selected. The property of the product is measured and compared with those of other products made home and abroad.

Key words foilstrain gage; substrate; transducer