

[补充信息]

极小粒子增强聚氨酯阻尼性能的影响因素分析

苏毅^{1,✉}, 李婷², 李爱群^{2,3}

1 南京林业大学土木工程学院, 江苏 南京 210037;

2 东南大学土木工程学院, 南京 210096;

3 北京建筑大学土木工程学院, 北京 100044

[Supplementary Information]

Analysis of Factors Influencing the Damping Performance of Polyurethane with Minimum Particles

SU Yi^{1,✉}, LI Ting¹, LI Aiqun^{2,3}

1 Civil Engineering, Nanjing Forestry University, Nanjing 210037, China;

2 School of Civil Engineering, Southeast University, Nanjing 210096, China;

3 Beijing University of Civil Engineering and Architecture, Beijing 100044, China

试验原材料

聚碳酸酯二醇, 相对分子质量为 2000, 工业品, 江苏金浦集团; 甲苯-2,4-二异氰酸酯, 工业品, 烟台万华聚氨酯股份有限公司; 环氧树脂 6101 (E44), 工业品, 上海树脂厂; 硅烷偶联剂 KH-550, 工业品, 广州中杰化工; 95%乙醇, 自制; 3, 3'-二氯-4, 4'-二氨基二苯基甲烷 (MOCA), 工业品, 上海亿邦化工有限公司。

玻璃纤维 200 目 (粒径: 12~14 μm , 长度: 50~80 μm), 南京玻璃纤维研究设计院; 石墨烯 (粒径: 6~11 μm , 层数: 1~10 层, 比表面积: 146 m^2/g), 哈工大石墨深加工中心; 四脚状氧化锌晶须 T-ZnOw (晶须中心体粒径: 0.7~1.4 μm , 针状体直径: 5~7 μm , 针状体长度: 20~60 μm), 成都交大晶宇科技有限公司; 3, 9-双{1, 1-二甲基-2-[β -(3-特丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酰氧基]乙基}-2, 4, 6, 8-四氧杂螺环 (5,5)十一烷 (AO-80: 结晶型小分子, $T_g=40.9^\circ\text{C}$), 日本旭电化上海有限公司。

试验仪器

电子搅拌器 (JJ-1), 江苏金坛中大仪器厂; 超声波清洗机 (KG-250B), 昆山舒美超声仪器有限公司; 恒温油浴锅 (BHS-2), 宁波群安试验仪器有限公司; 真空干燥箱 (KXH101-2A), 上海科析试验仪器厂; 冲切机 (GT-7016-AR), 高铁检测仪器公司; 平板硫化机 (XLB-D), 宁波鄞州华源液压机械厂; 台式测厚仪 (MZ-4030 型), 江都明珠试验机厂; 邵尔 A 硬度计 (LX-A 型), 上海六菱仪器厂; 万能材料试验机 (AG-50kNG), 日本岛津制作所; 动态力学分析仪 (DMA-8000), PerkinElmer。

正交试验方案

本试验以材料的损耗因子峰值 η_{\max} 、高阻尼温域范围 $\Delta T_{0.5}$ ($\eta \geq 0.5$ 的温度范围) 和 TA 值 (损耗因子 $\tan \delta - T$ 曲线与温度轴形成的区域面积) 为试验指标。选取玻璃纤维、T-ZnOw、石墨烯以及受阻酚 AO-80 四种极小粒子为试验因素, 分别记作 F、T、G、A。表 S1 是根据正交试验设计的因素水平表。

表S1 因素水平表

Tab.S1 Factor level table

| Test factors | Factor code | Factor level | | |
|--------------|-------------|--------------|---------|---------|
| | | Level 1 | Level 2 | Level 3 |
| Glass fibre | F | 10 | 12 | 15 |
| T-ZnOw | T | 0.3 | 0.5 | 0.7 |
| Graphene | G | 0.1 | 0.2 | 0.3 |
| AO-80 | A | 10 | 14 | 18 |

Note: each value in the table is the content of 100 parts of PU / EP.

试样制备

聚氨酯材料制备的详细步骤为:

在试样制备之前需要对石墨烯、四角状氧化锌晶须和玻璃纤维进行表面改性, 改性方法一致。首先, 制备纯度为 95% 的乙醇水溶液, 加入一定质量的硅烷偶联剂 KH550, 其中 KH550 的添加量为填料质量的 1%。其次, 称取一定量石墨烯、四角状氧化锌晶须和玻璃纤维分别加入以上溶液中, 搅拌 2 h 后用乙醇过滤 4 次。最后, 将过滤物置于 80 °C 烘箱中处理 12 h, 取出后打散密封保存。

在装有冷凝回流管、搅拌器和温度计的三口烧瓶中, 加 40 份聚酯二元醇, 密封装置并升温至 100 °C, 搅拌 (250 r/min) 3 min。开启真空泵脱水 1.5 h 后将其关闭, 调节恒温油浴锅的温度至 80 °C, 通 N₂ 保护。加入 10 份甲苯 2,4-二异氰酸酯和 0.1% 的催化剂, 搅拌 (250 r/min), 使其反应 1.5 h。继续加入一定分量的 AO-80, 满足试验序列表中 AO-80 的份量, 即可获得聚氨酯预聚物。

称取 40 份脱水后的环氧树脂于烧杯中, 升温至 80 °C, 并先后加入经硅烷偶联剂改性后的 T-ZnOw 和一定份量的石墨烯, 搅拌 (250 r/min) 均匀。将 60 份聚氨酯预聚物混入其中, 机械搅拌 (300 r/min) 30 min。待反应完全后加入经硅烷偶联剂改性后的玻璃纤维, 搅拌 (250 r/min) 均匀。即聚氨酯和环氧树脂的比例为 60: 40, 且以上极小粒子的掺入量均参照正文中的表 1。

加入 2-3 滴消泡剂后加入 MOCA, 快速搅拌 (400 r/min) 2 min, MOCA 为扩链交联剂和固化剂。将该材料倒入事先预热至 80 °C 的模具中, 在 120 °C 平板硫化机上硫化 0.5 h 后取出脱模。后在 100 °C 的烘箱中继续固化 12 h, 得到 1~9 号阻尼材料试样。