

## TRILOS 三辊机在 CNF/SWNT 复合纤维制备工艺应用

当今，多功能材料的不断发展，要求其具有轻质、高强度、优异的电导率和导热性，以及传感和驱动功能。一般来说，多功能材料在人造肌肉、传感器、电子纺织品以及超级电容有应用。纤维素纳米纤维(CNFs)是地球上最丰富的结构元素，已被制成各种多功能材料，CNFs 组装的微纤维的杨氏模量达到 80GPa。同时，CNFs 不仅可以构建具有优异力学性能的宏观材料，还可以作为分散剂来分散其他纳米材料，进一步开发成为高性能材料。一般来讲，对高性能多功能材料的要求是改善有效协同作用。单壁碳纳米管 (SWNTs) 由于其优异的力学性能 (轴向方向 1.0TPa 的杨氏模量) 和电导率 ( $10^6$  S/cm)，在许多应用中是一个合适的选择。

不同于 SWNTs 的聚集倾向和相对较弱的管间相互作用，CNFs 可以明显降低 SWNTs 的聚集，同时促进界面的稳定性。相比之下，用 SWNTs 纺制的纤维具有 124MPa 的机械强度，和 100S/cm 的电导率，低于 CNF/SWNT 纤维 (43 wt% 的 SWNT 含量)。后者的强度约 220Mpa，电导率是 207S/cm。此外，独特的一维(1D)宏观结构可以让 CNFs 和 SWNTs 双重对齐，有助于显著提高整体性能。CNFs 和 SWNTs 的良好排列可以使微管间的活性连接致密化，从而提高复合材料的导电性。

然而，用 CNFs 和 SWNTs 制造工艺完整的复合材料在技术上是困难的。有人通过超声波处理，在低浓度 CNF 悬浮液 (约 0.1 wt%) 中分散 SWNTs，但是很少有人研究在高浓度 CNF 悬浮液 (约 1 wt%) 中分散 SWNTs。我们通过 TRILOS 三辊研磨和湿纺纺丝，采用无表面活性剂、可扩展、高效的工艺，不仅可以直接构建包裹 SWNTs 的纳米纤维素网络，还可以实现构件之间的单向连接，从而获得高性能的结构材料。

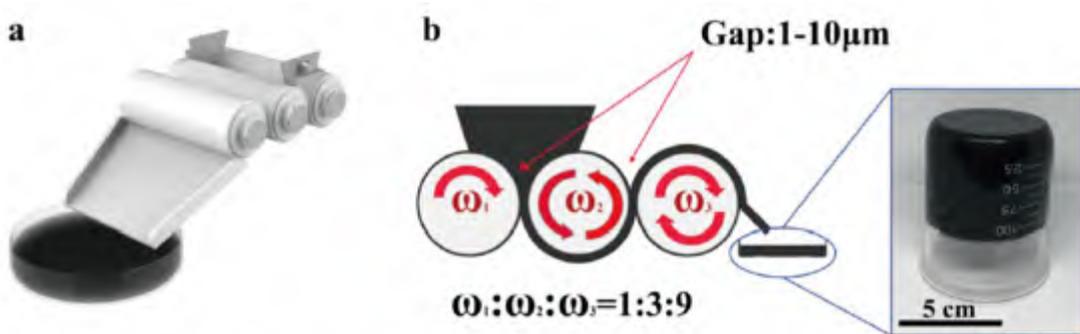
### 实验过程

**1. CNF 悬浮液的制备。**用漂白木纤维制备 CNF 悬浮液，纤维素的含量>90%。木浆纤维由 TEMPO (2,2,6,6-四甲基哌啶-1-氧基) 进行化学处理。首先，用机械搅拌，将 5g 纤维素浆悬浮在 500ml 水中 10 分钟。然后，将 TEMPO (90 mg) 和溴化钠 (500 mg) 加入纤维素浆。随后，将次氯酸钠 (NaClO) (30 g) 逐滴添加到剧烈搅拌的纤维素浆中。加入 0.1 M 氢氧化钠 (NaOH) 溶液，使悬浮液的 pH 值保持恒定为 10，直到 pH 没有变化。化学预处理后，用去离子水清洗纸浆纤维至少五次。采用高压均质机处理三次后，得到浓度为

1wt%的悬浮液。



2. 碳纳米管的分散。将 SWNT 粉末超声分散到 CNF 悬浮液中 10 分钟。然后使用 TRILOS TR80A 三辊机，通过将间隙从  $10\ \mu\text{m}$  控制到  $1\ \mu\text{m}$ ，研磨 20 分钟来进一步分散。利用了相邻旋转辊间的高强度应力，以及间隙的逐渐减小，分散 SWNT 到浓度为 1wt% 的 CNF 悬浮液中，获得 CNF/SWNT 悬浮液。



TRILOS TR80A 三辊机示意图 (a, b) 和处理后的 CNF/SWNT 悬浮液



TRILOS TR80A 三辊机研磨分散 CNF/SWNT 悬浮液

## TRILOS 公司介绍

TRILOS（太能思）是美国制造商，视客户满意为终极目标，力求将最优秀的工艺技术结合客户的最新需求，设计出最贴近客户需求的优质产品。

太能思正在积极开拓全球市场，目前产品已经远销美国、中国、欧洲、韩国、日本和台湾等地区，把最优质的产品分享给全球优秀的使用者。

### TRILOS 三辊机优点：

- ① TRILOS 三辊机采用一次循环，有可能完全实现物质的均质化与分散，减少颗粒尺寸，打破团聚粒子。其结果是均质化的浆料，可为物料的进一步加工打下完美的基础。
- ② 可用触摸屏实现每个辊间距离调节，确保完美的辊子平行度。弹性张紧的刮刀插口确保刮刀恒压，在操作过程中不需要重新调节。
- ③ 不同材质的辊子都可以使用，辊子及刮刀材质的选择-从不锈钢到氧化铝，碳化硅及氧化锆-满足各种不同需要。
- ④ 三辊机上的安全装置确保操作人员的最大安全，机器可简易而及其快速的清洗。

TRILOS 三辊机的型号及主要参数

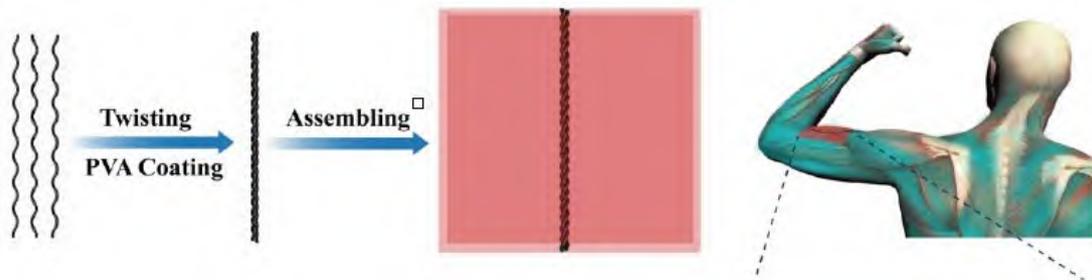
参数	TR50M	TR80A	TR120A
产能 (L/hour)	0.02-5	0.02-20	0.5-60
辊筒直径 (mm)	50	80	120
辊筒长度 (mm)	160	200	450
辊筒转速比	1:2:4	1:3:9	1:3:9
辊筒材质	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢	SiC/AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢	SiC/AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢
刮刀材质	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢/PVC	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢/PVC	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> /不锈钢/PVC
功率 (Kw)	0.12	1.5	3.5
外形尺寸 (mm)	390x275 x 310	750x340 x490	1150x660 x1280
重量 (kg)	20	110	350



TRILOS 各种型号三辊机

TRILOS TR80A 型三辊机为实验室型三辊机的中间型号。其最低 0.02L/hour 至最高 20L/hour 的处理量完美的解决了用户从实验室测试到中小规模试产的跨越衔接问题。高度创意化的设计令设备结构更为紧凑小巧,可便于安置在实验室桌面使用。极富亲和力的人机界面由全触控工业控制屏来实现。独特的在线间隙修正和配方菜单功能使设备使用操作更为轻松,令用户不再面对冰冷的设备,而是以交互式的操作方式来进行控制。

**3. 湿纺纺丝制备复合纤维。**凝胶状 CNF/SWNT 悬浮液和 CNF 悬浮液直接被注射器挤压到凝固浴中,制得连续的 CNF/SWNT 凝胶微纤维。浸泡 20 分钟后,从凝固浴中取出凝胶纤维,然后用水和乙醇的混合物洗涤。之后,凝胶纤维在室温干燥,得到最终的 CNF/SWNT 复合纤维。



最后,对 CNF/SWNT 复合纤维进行机械强度、应变以及电导率等测试,并利用多功能纤维制作应变传感器,测量质量变化和监测肌肉运动。

### 实验结果和结论

通过 TRILOS 三辊研磨和湿纺纺丝,制得的 CNF/SWNT 复合纤维的强度可达 472.17 MPa,应变为 11.77%,超过了以往 CNF/SWNT 复合材料的研究结果。利用强大的纳米纤维素网络将单壁碳纳米管完全包裹起来,以构建牢固的界面。同时,复合纤维的电导率为 86.43S/cm,随着温度的升高,电导率随之增加。复合纤维能够在 10 秒内加热至 172.9℃,

且在 5 秒内冷却至 35.2℃。由于其具有优秀的机械性能、适中的导电性和导热性，以及轻质化，CNF/SWNT 复合纤维有望用于制造应变传感器或电热加热器，用于测量质量变化和监测肌肉运动。测试结果表明，传感器能承受自身重量的 500 倍以上，且稳定性好，至少 80 秒能传输人体运动的实时信号，从而在便携式仪表测量以及可穿戴的生物电子疗法领域得到应用。

**销售公司：北京西正元投资管理有限公司**

**联系电话：18515180881 18910341840 010-84762885**