



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102627413 A

(43) 申请公布日 2012.08.08

(21) 申请号 201210143782.5

C23C 16/511 (2006.01)

(22) 申请日 2012.05.10

(71) 申请人 兰州大学

地址 730000 甘肃省兰州市城关区天水南路  
222 号

(72) 发明人 谢二庆 陈万军 何勇民

(74) 专利代理机构 兰州中科华西专利代理有限  
公司 62002

代理人 李艳华

(51) Int. Cl.

C03C 25/22 (2006.01)

C03C 25/44 (2006.01)

C23C 16/27 (2006.01)

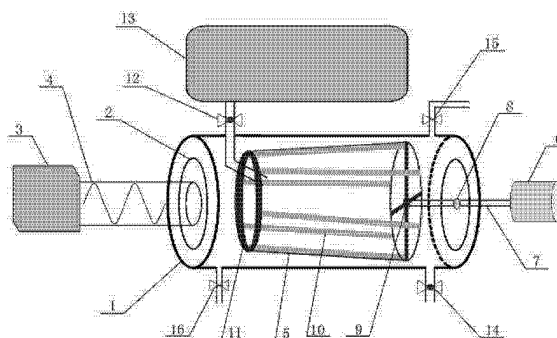
权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法

## (57) 摘要

本发明涉及一种微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,该方法包括以下步骤:(1)启动微波等离子体化学气相沉积系统,抽真空;(2)将天然气通入圆柱形不锈钢真空室,使其均匀充满整个圆柱形不锈钢真空室;(3)启动微波源,使微波源产生的微波在锥形金属滚筒内激发等离子体,将天然气充分分解为具有活性的碳氢集团;(4)将原料玻璃纤维加入锥形金属滚筒内;(5)启动电动机,使原料均匀分散并发生离心运动,与此同时,天然气分解产生的碳氢集团在玻璃纤维表面沉积并生长成类金刚石薄膜,形成复合纤维——类金刚石包覆的玻璃纤维并定时排出;(6)重复(1)~(5)步骤;(7)生产结束后,关闭所有阀门及微波源和电动机。本发明成本廉价、实施简单、便于操作。



1. 微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,包括以下步骤:

(1)启动微波等离子体化学气相沉积系统,通过抽气阀(16)将圆柱形不锈钢真空室(1)内的真空抽到 $10^{-3}$ Pa以下;

(2)通过所述微波等离子体化学气相沉积系统中的进气阀(15)将天然气通入所述圆柱形不锈钢真空室(1),使其均匀充满整个所述圆柱形不锈钢真空室(1);

(3)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的微波源(3),使所述微波源(3)产生的微波通过波导管(4)从左石英窗口(2)进入所述圆柱形不锈钢真空室(1),并在所述微波等离子体化学气相沉积系统中的锥形金属滚筒(5)内激发等离子体,将天然气充分分解为具有活性的碳氢集团;

(4)将所述微波等离子体化学气相沉积系统中储料室(13)内的原料玻璃纤维通过加料阀(12)加入所述锥形金属滚筒(5)内;

(5)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的电动机(6);所述电动机(6)驱动转轴(7)通过右侧石英窗口(2)中心的法兰及轴承(8)和所述圆柱形不锈钢真空室(1)内所述锥形金属滚筒(5)右端的十字支架(9)带动所述锥形金属滚筒(5)连同其内壁的拨片(10)转动,连续不断地将聚集在所述锥形金属滚筒(5)底端的原料从底端运送到顶端再在重力的作用下下落,随着所述锥形金属滚筒(5)的旋转,使原料均匀分散并发生离心运动而向右端运动,与此同时,天然气分解产生的碳氢集团在玻璃纤维表面沉积并生长成类金刚石薄膜,形成复合纤维——类金刚石包覆的玻璃纤维,最终从所述锥形金属滚筒(5)右端通过出料阀(14)定时排出;没有完全反应的气体通过抽气阀(16)排出所述圆柱形不锈钢真空室(1)外;

(6)重复(1)~(5)步骤;

(7)生产结束后,关闭所述进气阀(15)、抽气阀(16)、加料阀(12)、出料阀(14)及微波源(3)和电动机(6)。

2. 如权利要求1所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,其特征在于:所述微波等离子体化学气相沉积系统是指该系统包括水平放置且左右两端分别设有石英窗口(2)的圆柱形不锈钢真空室(1)、微波源(3)、锥形金属滚筒(5)和储料室(13);所述圆柱形不锈钢真空室(1)的左侧设有微波源(3)和波导管(4),其右侧设有电动机(6),其内设有锥形金属滚筒(5),其上方设有储料室(13)和加料阀(12);所述圆柱形不锈钢真空室(1)的顶部右侧设有进气阀(15),其底部左侧设有抽气阀(16),其底部右侧设有出料阀(14);所述锥形金属滚筒(5)的左端设有挡板(11),其内壁均布有数个拨片(10),其右端设有十字支架(9);所述电动机(6)的一端设有转轴(7),该转轴(7)穿过固定在所述圆柱形不锈钢真空室(1)右侧石英窗口(2)中心上的法兰及轴承(8)与所述十字支架(9)的中心相连。

3. 如权利要求2所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,其特征在于:所述圆柱形不锈钢真空室(1)与所述微波源(3)通过波导管(4)相连。

4. 如权利要求2所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,其特征在于:所述锥形金属滚筒(5)的左侧通过管道与所述储料室(13),该管道上设有加料阀(12)。

5. 如权利要求2所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,其

特征在于：所述锥形金属滚筒(5)的左侧筒径小于其右侧筒径。

6. 如权利要求 2 所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,其特征在於:所述加料閥(12)和所述出料閥(14)均外接定时开关。

## 微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及类金刚石薄膜增强复合材料领域,尤其涉及微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着世界矿产资源的日趋减少和工业生产中材料需求的日益增加,纤维增强复合材料由于其对材料机械性能显著的增强效果,在生产生活、军事国防等各个方面都得到了广泛的应用。而木塑复合材料由于其原料植物纤维的价格低廉而颇受欢迎,但是木塑复合材料生产过程中需要解决的主要问题是改善植物纤维与热塑性塑料之间的浸润性,以增强植物纤维与基体塑料之间的结合性能。目前,常用的化学处理方法会提高植物纤维增强复合材料冲击性能、弯曲性能,但在拉伸性能方面却因为植物纤维本身力学强度的减弱而下降了很多,限制了其在很多领域的广泛应用,同时化学方法不可避免地产生环境污染,不符合社会环保发展的理念。因此,相对于碳纤维而言价值低廉的玻璃纤维作为一种无机的环境友好型材料,玻璃纤维塑料复合材料(玻塑复合材料)受到人们的广泛关注,但是玻塑复合材料同样需要解决纤维与塑料之间润湿性以增加界面之间结合性能的问题。随着我国玻纤产量不断提高,玻纤产品必须打入国际市场,而产品质量是竞争力强弱的关键。开发新品,提高质量必须以浸润剂技术为前提。因为类金刚石薄膜具备优异的机械性能、良好的润湿性和与基底优越的结合力,若将其用来包覆玻璃纤维,将会显著地提高玻璃纤维的机械性能和润湿性,进而提高玻塑复合材料的综合性能。

[0003] 综上所述,我们提出利用微波等离子体化学气相沉积(MWPECVD),以廉价的天然气为反应气体在玻璃纤维表面沉积类金刚石薄膜,以增加玻璃纤维的机械性能和改善其表面的润湿性,进而提高玻塑复合材料的综合性能。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种实施简单、便于操作的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法。

[0005] 为解决上述问题,本发明所述的微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,包括以下步骤:

(1)启动微波等离子体化学气相沉积系统,通过抽气阀将圆柱形不锈钢真空室内的真空抽到  $10^{-3}$ Pa 以下;

(2)通过所述微波等离子体化学气相沉积系统中的进气阀将天然气通入所述圆柱形不锈钢真空室,使其均匀充满整个所述圆柱形不锈钢真空室;

(3)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的微波源,使所述微波源产生的微波通过波导管从石英窗口进入所述圆柱形不锈钢真空室,并在所述微波等离子体化学气相沉积系统中的锥形金属滚筒内激发等离子体,将天然气充分分解为具有活性的碳氢集团;

(4)将所述微波等离子体化学气相沉积系统中储料室内的原料玻璃纤维通过加料阀加

入所述锥形金属滚筒内；

(5)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的电动机；所述电动机驱动转轴通过右侧石英窗口中心的法兰及轴承和所述圆柱形不锈钢真空室内所述锥形金属滚筒右端的十字支架带动所述锥形金属滚筒连同其内壁的拨片转动，连续不断地将聚集在所述锥形金属滚筒底端的原料从底端运送到顶端再在重力的作用下下落，随着所述锥形金属滚筒的旋转，使原料均匀分散并发生离心运动而向右端运动，与此同时，天然气分解产生的碳氢集团在玻璃纤维表面沉积并生长成类金刚石薄膜，形成复合纤维——类金刚石包覆的玻璃纤维，最终从所述锥形金属滚筒右端通过出料阀定时排出；没有完全反应的气体通过抽气阀排出所述圆柱形不锈钢真空室外；

(6)重复(1)~(5)步骤；

(7)生产结束后，关闭所述进气阀、抽气阀、加料阀、出料阀及微波源和电动机。

[0006] 所述微波等离子体化学气相沉积系统是指该系统包括水平放置且左右两端分别设有石英窗口的圆柱形不锈钢真空室、微波源、锥形金属滚筒和储料室；所述圆柱形不锈钢真空室的左侧设有微波源和波导管，其右侧设有电动机，其内设有所述锥形金属滚筒，其上方设有所述储料室和加料阀；所述圆柱形不锈钢真空室的顶部右侧设有进气阀，其底部左侧设有抽气阀，其底部右侧设有出料阀；所述锥形金属滚筒的左端设有挡板，其内壁均布有数个拨片，其右端设有十字支架；所述电动机的一端设有转轴，该转轴穿过固定在所述圆柱形不锈钢真空室右侧石英窗口中心上的法兰及轴承与所述十字支架的中心相连。

[0007] 所述锥形金属滚筒的左侧通过管道与所述储料室，该管道上设有加料阀。

[0008] 所述锥形金属滚筒的左侧筒径小于其右侧筒径。

[0009] 所述加料阀和所述出料阀均外接定时开关。

[0010] 本发明与现有技术相比具有以下优点：

1、对玻璃纤维表面处理，改善其润湿性能是利用玻塑复合材料的主要技术难点，而目前所用的化学处理方法在提高浸润性的时候会不可避免地牺牲其机械性能。本发明在玻璃纤维表面包覆类金刚石薄膜，增加其表面浸润性，同时提高玻璃纤维的机械强度。另外，类金刚石薄膜相比于表面活性剂，具有更加稳定的化学性质，可以在极端环境下服役，并具有更长的使用寿命。

[0011] 2、由于本发明使用微波源产生微波，激发高密度的微波等离子体，因此，类金刚石薄膜在基底表面容易成核，而不需要基体偏压辅助，从而操作简单，便于实现并且非常廉价。

[0012] 3、本发明中滚筒式反应装置有利于待镀原料在反应空间的均匀分散，保证包覆的均匀性，并且可同时加入更多待镀原料。

[0013] 4、本发明中锥形滚筒的设计，为自动出料提供了可能，同时可通过其转速控制原料的反应时间，可生产出不同类金刚石薄膜厚度的产品，实现包覆材料厚度的可控性。

[0014] 5、本发明中设有储料室、定时开启并可调加料速度的加料阀（加料阀开口的大小决定加料速度）和定时开启的出料阀，为连续的大批量高效率生产提供保证。

[0015] 6、本发明进气口和抽气口分别位于圆柱形不锈钢真空室右上和左下端，使得反应气体充满锥形金属滚筒，实现完全分解并充分反应，提高了原料利用率，减低了生产成本。

[0016] 7、本发明由电动机带动锥形金属滚筒以及滚筒内壁的拨片旋转，使得待镀原料在

反应空间中均匀分散,保证包覆厚度的均匀性。

[0017] 8、本发明锥形金属滚筒左侧设有挡板,该挡板可以防止原料玻璃纤维的溢出。

[0018] 9、本发明利用微波等离子体化学气相沉积技术,以廉价的天然气为为原料,以锥形金属滚筒控制玻璃纤维的良好分散和自动出料,辅以储料室、可调加料通断与速度的加料阀和可定时开关的出料阀,实现大批量高效率可控生产廉价的类金刚石包覆玻璃纤维的高强度高润湿性复合纤维。

#### 附图说明

[0019] 下面结合附图对本发明的具体实施方式作进一步详细的说明。

[0020] 图 1 为本发明的结构示意图。

[0021] 图中:1—圆柱形不锈钢真空室 2—石英窗口 3—微波源 4—波导管 5—锥形金属滚筒 6—电动机 7—转轴 8—法兰及轴承 9—十字支架 10—拨片 11—挡板 12—加料阀 13—储料室 14—出料阀 15—进气阀 16—抽气阀。

#### 具体实施方式

[0022] 微波辅助类金刚石薄膜包覆玻璃纤维的复合纤维制备方法,包括以下步骤:

(1)启动微波等离子体化学气相沉积系统,通过抽气阀 16 将圆柱形不锈钢真空室 1 内的真空抽到  $10^{-3}$ Pa 以下;

(2)通过微波等离子体化学气相沉积系统中的进气阀 15 将天然气通入圆柱形不锈钢真空室 1,使其均匀充满整个圆柱形不锈钢真空室 1;

(3)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的微波源 3,使微波源 3 产生的微波通过波导管 4 从左石英窗口 2 进入圆柱形不锈钢真空室 1,并在微波等离子体化学气相沉积系统中的锥形金属滚筒 5 内激发等离子体,将天然气充分分解为具有活性的碳氢集团;

(4)将微波等离子体化学气相沉积系统中储料室 13 内的原料玻璃纤维通过加料阀 12 加入锥形金属滚筒 5 内;

(5)启动微波等离子体化学气相沉积系统中的电动机 6;电动机 6 驱动转轴 7 通过右侧石英窗口 2 中心的法兰及轴承 8 和圆柱形不锈钢真空室 1 内锥形金属滚筒 5 右端的十字支架 9 带动锥形金属滚筒 5 连同其内壁的拨片 10 转动,连续不断地将聚集在锥形金属滚筒 5 底端的原料从底端运送到顶端再在重力的作用下下落,随着锥形金属滚筒 5 的旋转,使原料均匀分散并发生离心运动而向右端运动,与此同时,天然气分解产生的碳氢集团在玻璃纤维表面沉积并生长成类金刚石薄膜,形成复合纤维——类金刚石包覆的玻璃纤维,最终从锥形金属滚筒 5 右端通过出料阀 14 定时排出;没有完全反应的气体通过抽气阀 16 排出圆柱形不锈钢真空室 1 外;

(6)重复(1)~(5)步骤;

(7)生产结束后,关闭进气阀 15、抽气阀 16、加料阀 12、出料阀 14 及微波源 3 和电动机 6。

[0023] 其中:

微波等离子体化学气相沉积系统是指该系统包括水平放置且左右两端分别设有石英

窗口 2 的圆柱形不锈钢真空室 1、微波源 3、锥形金属滚筒 5 和储料室 13(如图 1 所示)。圆柱形不锈钢真空室 1 的左侧设有微波源 3 和波导管 4,其右侧设有电动机 6,其内设有锥形金属滚筒 5,其上方设有储料室 13 和加料阀 12;圆柱形不锈钢真空室 1 的顶部右侧设有进气阀 15,其底部左侧设有抽气阀 16,其底部右侧设有出料阀 14;锥形金属滚筒 5 的左端设有挡板 11,其内壁均布有数个拨片 10,其右端设有十字支架 9;电动机 6 的一端设有转轴 7,该转轴 7 穿过固定在圆柱形不锈钢真空室 1 右侧石英窗口 2 中心上的法兰及轴承 8 与十字支架 9 的中心相连。

[0024] 圆柱形不锈钢真空室 1 与微波源 3 通过波导管 4 相连。

[0025] 锥形金属滚筒 5 的左侧通过管道与储料室 13,该管道上设有加料阀 12。

[0026] 锥形金属滚筒 5 的左侧筒径小于其右侧筒径。

[0027] 加料阀 12 和出料阀 14 均外接定时开关。

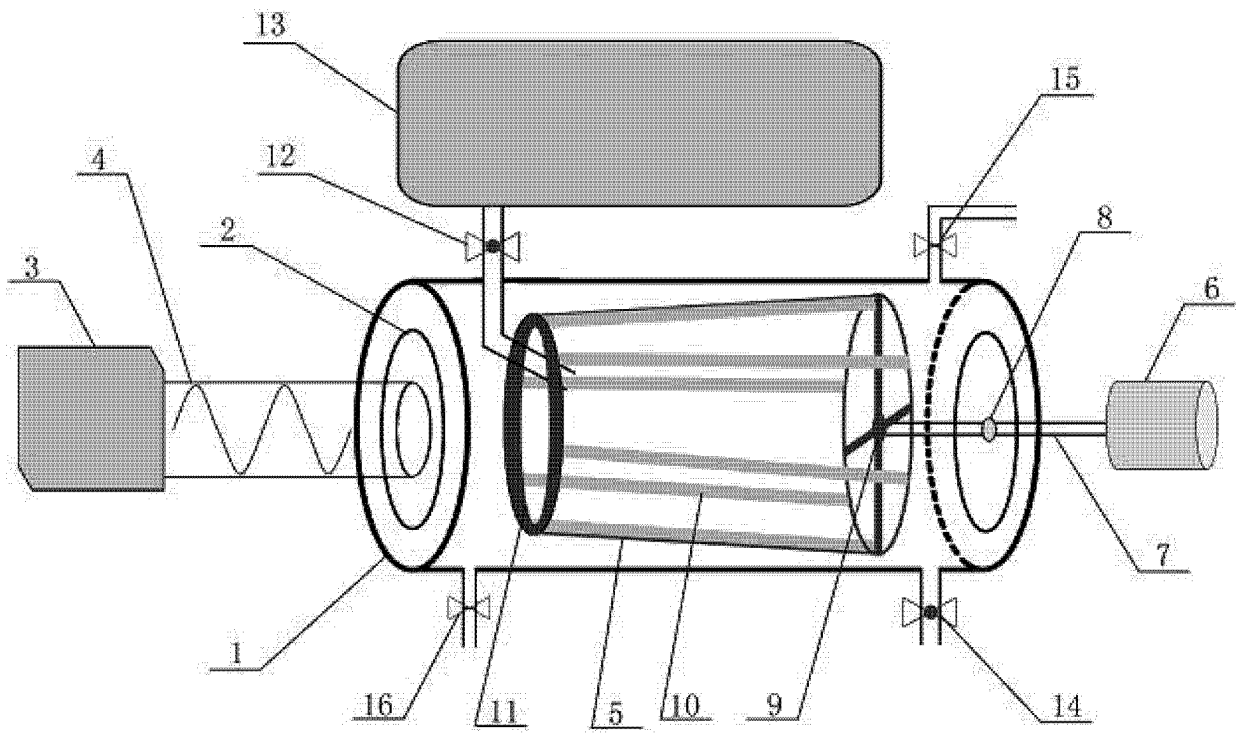


图 1