



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114276574 A

(43) 申请公布日 2022.04.05

(21) 申请号 202210091238.4

C08L 49/00 (2006.01)

(22) 申请日 2022.01.26

(71) 申请人 辽宁鲸苇科技有限公司

地址 110136 辽宁省沈阳市道义经济开发区道义南大街37号

(72) 发明人 王静 熊需海 姚健 任荣
肖存勇

(74) 专利代理机构 沈阳东大知识产权代理有限公司 21109

代理人 马海芳

(51) Int. Cl.

C08J 7/043 (2020.01)

C08J 7/18 (2006.01)

C08L 79/08 (2006.01)

C08L 71/10 (2006.01)

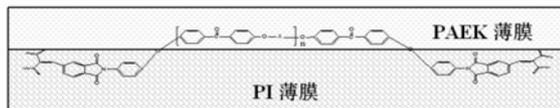
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法

(57) 摘要

一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法,属于材料制备技术领域。该耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法为:对除杂后的PI薄膜表面,喷涂活性接枝剂(4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物)溶液;采用低温等离子体表面处理法刻蚀接枝处理;再将PAEK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,加热烘干,继续升温至350~420℃,保温使得PAEK充分熔融,再以1~5℃/min冷却速率冷却至室温,得到耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜;该复合膜界面粘结强度优异,可作为绕包绝缘层,广泛应用于服役环境苛刻的耐高温电磁线领域。



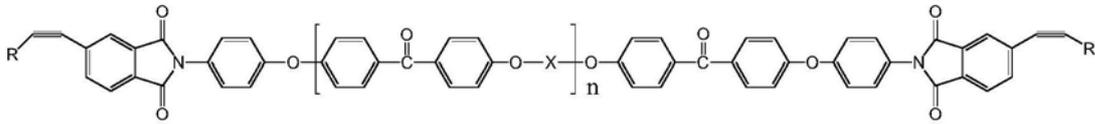
1. 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1:PI薄膜表面预处理

对除杂后的PI薄膜表面,喷涂质量百分浓度为0.5~5%的活性接枝剂溶液,加热烘干去除溶液中的溶剂,得到预处理PI薄膜;

所述的活性接枝剂为4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物的一种或几种的混合物:

其结构式为:



其中,R为氢原子或苯环;

n为小于10的正整数;

X为 中的一种结构;

S2:低温等离子体表面处理法刻蚀接枝处理

采用低温等离子体表面处理法对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,接枝上活性接枝剂,得到接枝改性的PI薄膜;

S3:耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜

采用喷涂法,将PAEK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,加热烘干,继续升温至350~420℃,保温使得PAEK充分熔融,再以1~5℃/min冷却速率冷却至室温,得到耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜。

2. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S1中,除杂的方法为:采用溶剂擦拭,采用的溶剂具体为甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯中的一种或几种的混合物。

3. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S1中,喷涂厚度为50~200nm。

4. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S1中,活性接枝剂溶液,采用的溶剂为二氯甲烷、氯仿、二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺,N-甲基吡咯烷酮中的一种或几种的混合物。

5. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S1中,加热烘干,加热温度为30~200℃。

6. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S2中,低温等离子体电极和预处理PI薄膜表面的距离为0.5~2cm,放电功率为10W~1000W,处理时间为1~10s。

7. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S3中,PAEK为聚醚醚酮、聚醚醚酮酮、聚醚酮酮、聚醚酮醚酮酮中的一种或几个混合物。

8. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在于,所述的S3中,所述的PAEK水剂乳液为PAEK粒子在水中的乳化分散液,其质量百分浓度为15%~50%,PAEK粒子的粒径为100~1000目。

9. 根据权利要求1所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,其特征在在于,所述的S3中,加热烘干的温度为120~150℃;保温时间为1~5min。

10. 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜,其特征在在于,采用权利要求1~9任意一项所述的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法制得,耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜的聚芳醚酮膜的厚度为0.01~0.2mm,得到的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜,PI/PAEK界面粘结强度为35~40MPa。

一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料制备技术领域,具体涉及到一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法。

背景技术

[0002] 聚酰亚胺(PI)薄膜的电气绝缘性能卓越,对常见有机溶剂、矿物油、航空煤油等具有优良的耐受性,广泛用作电磁线的绕包绝缘层。高性能PI薄膜是由芳杂环结构聚酰胺酸在高温下脱水闭环制备,除了分子链内闭环脱水外还会发生分子链间脱水,形成了一种高刚性的交联网络结构;因此,PI薄膜不能溶解于有机溶剂中,在高温下也难熔融。这就导致PI薄膜绕包线不能像其他热塑性树脂薄膜绕包线一样,通过加热熔化-冷却固结机制形成密封的绝缘层。目前,PI薄膜绕包线主要采用F46树脂作为粘结剂,填充粘结PI薄膜缠绕结构层间的空隙,形成整体密封的绕包绝缘层。然而,F46树脂熔点为240~260℃,当绕包线使用温度大于260℃时,粘结性能下降导致脱粘,绝缘层结构发生改变。

[0003] 聚芳醚酮(PAEK)包括聚醚醚酮、聚醚酮酮、聚醚醚酮酮等,是一类高性能的热塑性树脂,熔点340~410℃,通过改变芳醚键和芳酮键相对含量、键接顺序、分子量能够调控PAEK的结晶性、熔点、熔融粘度和高温热分解性能。PAEK耐温性能远优于F46,用PAEK取代F46用作PI绕包线的绝缘层的粘结剂将显著提高其使用温度。PAEK是半结晶型高分子材料,分子链间内聚力强,力学性能非常优异;PAEK半结晶性结构和PI薄膜无定形交联结构间相容性差,导致PAEK与PI薄膜间界面粘结强度相对较低,经受高低温循环疲劳后,两者间易发生脱粘剥离。因此,改善PI/PAEK复合薄膜间界面粘结性能是提升PI绕包线工作温度的关键技术途径。

[0004] 等离子体是气体分子被电离产生的一种包括电子、离子、原子和原子团等的混合体,被誉为物质的第四种状态;低温等离子体是一种非平衡态等离子体,电子的温度远低于重粒子温度,整个体系呈现低温状态。低温等离子体表面处理法是利用等离子体中的离子、电子、激发态的原子及自由基等大量活性粒子与物体表面碰撞,发生物理化学反应,将表面刻蚀出纳米级凹凸不平的形貌,同时通过接枝反应在表面引入一些新型的基团或分子链段;该技术不需要溶剂和后处理过程,工艺简单、绿色高效,是一种非常有前景的表/界面改性技术。

发明内容

[0005] 为了解决现有技术存在的问题,本发明提供了一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法,采用低温等离子体表面处理法,在PI薄膜表面接枝一种与PAEK具有良好相容性的高分子接枝剂,然后在PI薄膜表面喷涂PAEK乳液,经烘干-高温烧结工艺制备耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜。该方法制备的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜具有优异的界面粘结强度,在耐高温电磁线绝缘领域具有光明的应用前景。

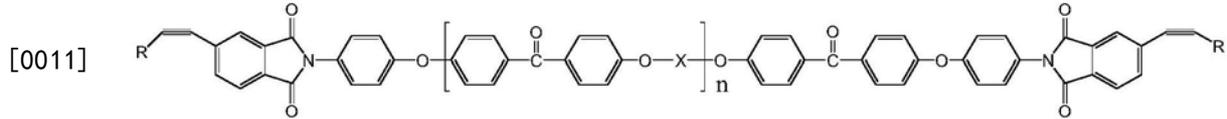
[0006] 本发明的一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,包括以下步骤:

[0007] S1:PI薄膜表面预处理

[0008] 将PI薄膜表面去除杂质后,喷涂质量百分浓度为0.5~5%的活性接枝剂溶液,加热烘干去除溶液中的溶剂,得到预处理PI薄膜;

[0009] 所述的活性接枝剂为4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物的一种或几种的混合物:

[0010] 其结构式为:



[0012] 其中,R为氢原子或苯环;

[0013] n为小于10的正整数;

[0014] X为 中的一种结构;

[0015] S2:低温等离子体表面处理法刻蚀接枝处理

[0016] 采用低温等离子体表面处理法对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,接枝上活性接枝剂,得到接枝改性的PI薄膜;

[0017] S3:耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜

[0018] 采用喷涂法,将PAEK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,加热烘干,继续升温至350~420℃,保温使得PAEK充分熔融,再以1~5℃/min冷却速率冷却至室温,得到耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜。

[0019] 所述的S1中,去除杂质的方法为:采用溶剂擦拭,优选为甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯中的一种或几种的混合物。

[0020] 所述的S1中,喷涂厚度为50~200nm。

[0021] 所述的S1中,活性接枝剂溶液,采用的溶剂为二氯甲烷、氯仿、二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺,N-甲基吡咯烷酮中的一种或几种的混合物。

[0022] 所述的S1中,加热烘干,加热温度为30~200℃。

[0023] 所述的S2中,低温等离子体电极和预处理PI薄膜表面的距离为0.5~2cm,放电功率为10W~1000W,处理时间为1~10s;

[0024] 所述的S3中,加热烘干的温度为120~150℃。

[0025] 所述的S3中,所述的PAEK水剂乳液为PAEK粒子在水中的乳化分散液,其质量百分浓度为15%~50%,PAEK粒子的粒径为100~1000目。

[0026] 所述的S3中,保温时间优选为1~5min。

[0027] 所述的S3中,耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜的聚芳醚酮膜的厚度为0.01~0.2mm。

[0028] 所述的S3中,所述的PAEK为聚醚醚酮(PEEK)、聚醚醚酮酮(PEEKK)、聚醚酮酮(PEKK)、聚醚酮醚酮酮(PEKEKK)中的一种或几个混合物。

[0029] 本发明的一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜,其采用上述耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法制得,得到的耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜,PI/PAEK界面粘结强度为35~40MPa。

[0030] 本发明的一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜及其界面强化方法,其有益效果

为：

[0031] 1) PI和PAEK的热分解温度均大于500℃；PAEK的熔融温度大于340℃；PI/PAEK复合膜形成的绕包绝缘层在300~400℃高温下不会分解碳化，显著提升电磁线的耐高温特性。

[0032] 2) 针对PI和PAEK的分子特性，采用等离子体表面处理法对PI薄膜表面改性，等离子体中活性粒子冲击提高了PI薄膜的粗糙度；同时，利用等离子体中活性自由基引发4-炔基酰亚胺封端的PAEK齐聚物的接枝反应，改变了PI薄膜表面的化学特性；两种机制均有助于改善了PI薄膜表面的浸润性能，进而提高PI薄膜与PAEK涂层间界面粘结性能。

[0033] 3) 接枝剂为4-炔基酰亚胺封端的PAEK齐聚物，炔基能够发生自由基聚合反应，高温下能够三聚成环形成芳杂环结构，保持PI/PAEK复合膜的高温化学稳定性；酰亚胺基团与PI薄膜的分子链有良好的相容性，而其芳醚酮骨架与PAEK树脂粘合剂有良好的相容性。

[0034] 4) 喷涂法的喷涂量可较为精确控制、重复性好、操作简单、易于工业化放大。

[0035] 5) 本发明提供的耐高温PI/PAEK复合膜对提升电磁线的耐热等级、可靠性/耐久性和使用寿命均产生重要影响，在石油开采、航空宇航、机械、核能等众多领域中具有光明应用前景。

附图说明

[0036] 图1PI/PAEK复合膜的结构示意图。

[0037] 图2PI/PEEK复合膜的表面形貌图。

具体实施方式

[0038] 以下实施例中，活性接枝剂(4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物)采用两步法合成：

[0039] 以4,4'-二氟二苯甲酮和二元酚(间苯二酚、对苯二酚、4,4'-联苯二酚、1,4-萘二酚、2,6-萘二酚、2,7-萘二酚、六氟代双酚A中的一种或几种的混合物)为原料、4-氨基苯酚为封端剂、碳酸盐(碳酸钾、碳酸钠、碳酸镁中的一种或几种的混合物)为催化剂，在高沸点非质子性极性溶剂(二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、N-甲基吡咯烷酮中的一种)中，在150~210℃下反应6~12小时，获得氨基封端的PAEK齐聚物。其中，按摩尔比，4,4'-二氟二苯甲酮：二元酚：4-氨基苯酚：催化剂=(1.1~2):1:(0.2~1):2。

[0040] 氨基封端的PAEK齐聚物与4-炔基苯酚溶解于非质子性极性溶剂(二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、N-甲基吡咯烷酮中的一种)，在室温下搅拌4~8小时；升温至60-80℃，加入脱水剂(乙酸酐和/或丙酸酐)和乙酸盐催化剂(乙酸钠和/或乙酸钴)反应4~10小时，获得4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物。其中，按摩尔比，4-炔基苯酚、脱水剂和乙酸盐催化剂的用量是氨基封端的PAEK齐聚物的2~2.2倍。

[0041] 以下结合技术方案，进一步说明本发明的具体实施方式。

[0042] 以下实施例中，根据PAEK的类型，分别进行制备对应的复合膜，其结构示意图见图1。

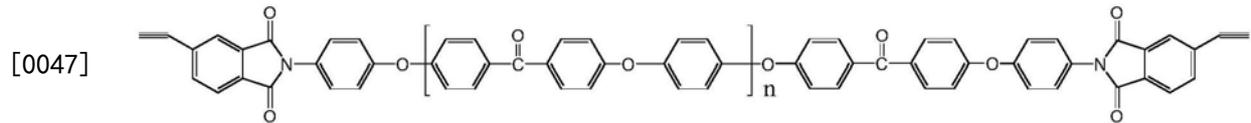
[0043] 实施例1

[0044] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法，具体包括以下步骤：

[0045] (1) 采用丙酮对PI薄膜表面进行预处理，清除表面污渍和灰尘。随后，在表面喷涂

质量百分浓度为3%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度50nm,加热至30℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0046] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂的分子结构式:



[0048] 采用的溶剂为二氯甲烷。

[0049] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为1.5cm,放电功率为650W,处理时间3s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0050] (3) 采用喷涂法,将25%固含量500目粒径的PEEK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至350℃,保温5min使PEEK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEEK复合膜,其中,PEEK膜厚度为0.01mm。

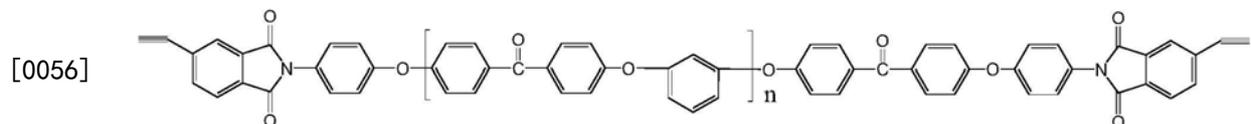
[0051] (4) PI/PEEK复合膜界面粘结强度为35.5MPa,本实施例制备的PI/PEEK复合膜的表面形貌图见图2,大多数PEEK颗粒熔融扩展并均匀粘合在PI薄膜的表面,没有出现分层现象。

[0052] 实施例2

[0053] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0054] (1) 采用丙酮对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为4%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度50nm;加热至50℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0055] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂的分子结构式为:



[0057] 采用的溶剂为氯仿。

[0058] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为2cm,放电功率为1000W,处理时间1s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0059] (3) 采用喷涂法,将15%固含量1000目粒径的PEEK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至380℃,保温1min使PEEK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEEK复合膜,其中,PEEK膜厚度为0.05mm。

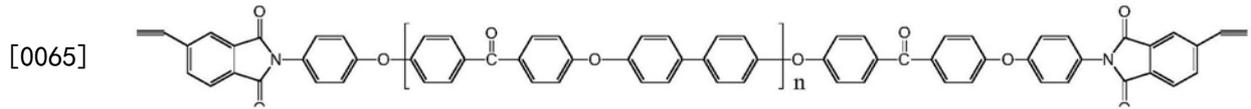
[0060] (4) PI/PEEK复合膜界面粘结强度为36.3MPa。

[0061] 实施例3

[0062] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0063] (1) 采用丙酮对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为0.5%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度100nm,加热至50℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0064] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂分子结构式为:



[0066] 采用的溶剂为二氯甲烷和氯仿的4:1混合溶液。

[0067] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,PI表面粗糙度增加且接枝上活性接枝剂(4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物)。低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为1cm,放电功率为400W,处理时间10s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0068] (3) 采用喷涂法,将15%固含量500目粒径的PEKK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至410℃,保温5min使PEKK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEKK复合膜,其中,PEKK膜厚度为0.1mm。

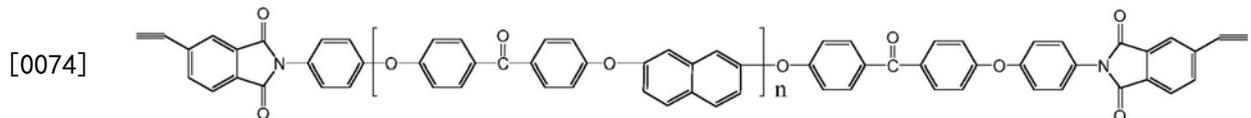
[0069] (4) PI/PEKK复合膜界面粘结强度为38.2MPa。

[0070] 实施例4

[0071] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0072] (1) 采用乙醇对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为1%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度100nm,加热至150℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0073] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂分子结构式为:



[0075] 采用的溶剂为二甲基甲酰胺。

[0076] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为0.5cm,放电功率为10W,处理时间10s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0077] (3) 采用喷涂法,将30%固含量300目粒径的PEKK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至420℃,保温2min使PEEK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEKK复合膜,其中,PEKK膜厚度为0.05mm。

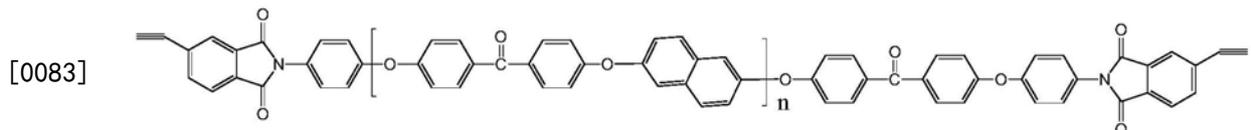
[0078] (4) PI/PEKK复合膜界面粘结强度为36.9MPa。

[0079] 实施例5

[0080] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0081] (1) 采用丙酮对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为1%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度100nm,加热至160℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0082] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂分子结构式为:



[0084] 采用的溶剂为二甲基乙酰胺。

[0085] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,PI表面粗糙度增加且接枝上活性接枝剂(4-炔基酰亚胺基封端的PAEK齐聚物)。低温等离子体电极和PI薄膜

表面距离为1.5cm,放电功率为650W,处理时间2s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0086] (3) 采用喷涂法,将50%固含量100目粒径的PEKK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至380℃,保温5min使PAEK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEKK复合膜,其中,PEKK膜厚度为0.05mm。

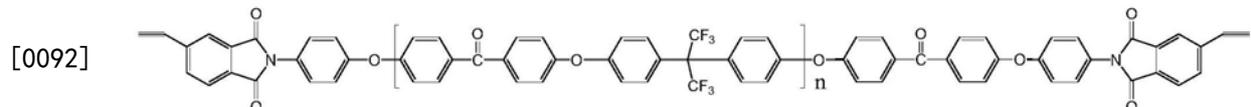
[0087] (4) PI/PEKK复合膜界面粘结强度为36.8MPa。

[0088] 实施例6

[0089] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0090] (1) 采用乙酸乙酯对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为5%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度150nm,加热至60℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0091] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂分子结构式为:



[0093] 采用的溶剂为二氯甲烷。

[0094] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为2cm,放电功率为1000W,处理时间1s。

[0095] (3) 采用喷涂法,将20%固含量500目粒径的PEEKK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至380℃,保温5min使PEEKK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEEKK复合膜,其中,PEEKK膜厚度为0.15mm。。

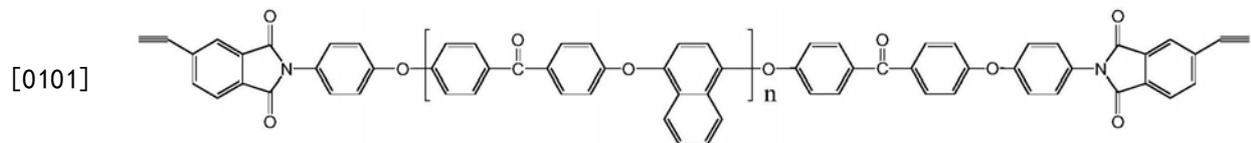
[0096] (4) PI/PEEKK复合膜界面粘结强度为38.7MPa。

[0097] 实施例7

[0098] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0099] (1) 采用甲醇对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为3%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度200nm,加热至200℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0100] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂分子结构式为:



[0102] 采用的溶剂为N-甲基吡咯烷酮。

[0103] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为1.5cm,放电功率为300W,处理时间8s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0104] (3) 采用喷涂法,将15%固含量500目粒径的PEKEKK水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至400℃,保温5min使PEKEKK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEKEKK复合膜,其中,PEKEKK膜厚度为0.2mm。。

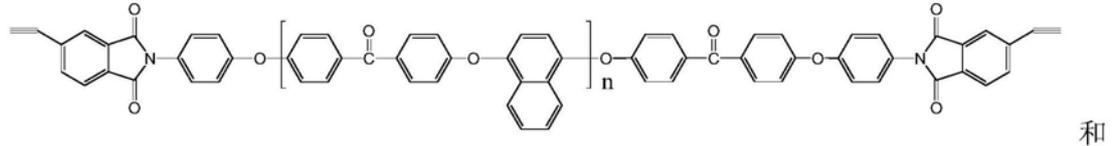
[0105] (4) PI/PEKEKK复合膜界面粘结强度为39.5MPa。

[0106] 实施例8

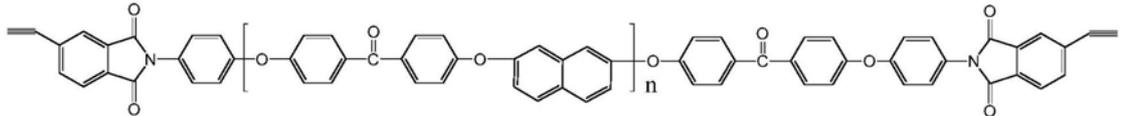
[0107] 一种耐高温聚酰亚胺/聚芳醚酮复合膜界面强化方法,具体包括以下步骤:

[0108] (1) 采用甲醇对PI薄膜表面进行预处理,清除表面污渍和灰尘。随后,在表面喷涂质量百分浓度为3%的活性接枝剂溶液,喷涂厚度200nm,加热至200℃烘干,得到预处理PI薄膜;

[0109] 本实施例采用的活性接枝剂溶液中,活性接枝剂为两种分子结构式的混合物,分别为:



[0110]



[0111] 按摩尔比,二者比例为1:1,采用的溶剂为N-甲基吡咯烷酮。

[0112] (2) 采用低温等离子体对预处理PI薄膜表面进行刻蚀接枝处理,低温等离子体电极和PI薄膜表面距离为1.5cm,放电功率为800W,处理时间6s,得到接枝改性的PI薄膜。

[0113] (3) 采用喷涂法,将30%固含量300目粒径的PEKEKK和PEKK混合的水剂乳液雾化喷涂在接枝改性的PI薄膜表面,150℃加热30min烘除水分;继而升温至400℃,保温5min使PEKEKK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,获得PI/PEKEKK/PEKK复合膜,其中,PEKEKK/PEKK膜厚度为0.15mm。

[0114] (4) PI/PEKEKK/PEKK复合膜界面粘结强度为39.2MPa。

[0115] 对比例1

[0116] 一种复合膜的制备方法,同实施例1,不同之处在于,无步骤(1)~(2),直接在PI表面喷涂25%固含量500目粒径的PEEK水剂乳液,烘干除水,继而升温至350℃,保温5min使PEEK充分熔融,以5℃/min冷却速率降温,降温过程中PEEK膜从PI表面剥离。

[0117] 对比例2

[0118] 一种复合膜的制备方法,同实施例1,不同之处在于,无步骤(2),得到的复合膜微观形貌显示PEEK熔体铺展不充分、表面无规则的分布一些凸起,界面粘结强度低于20MPa。

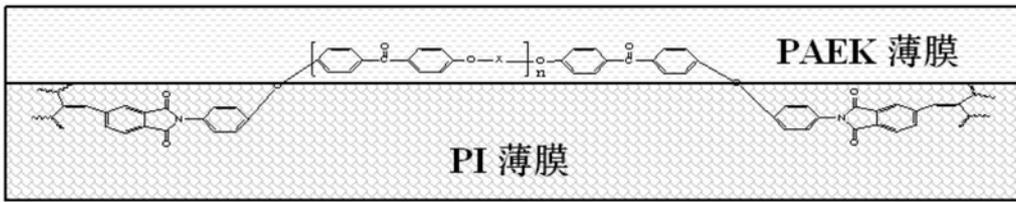


图1

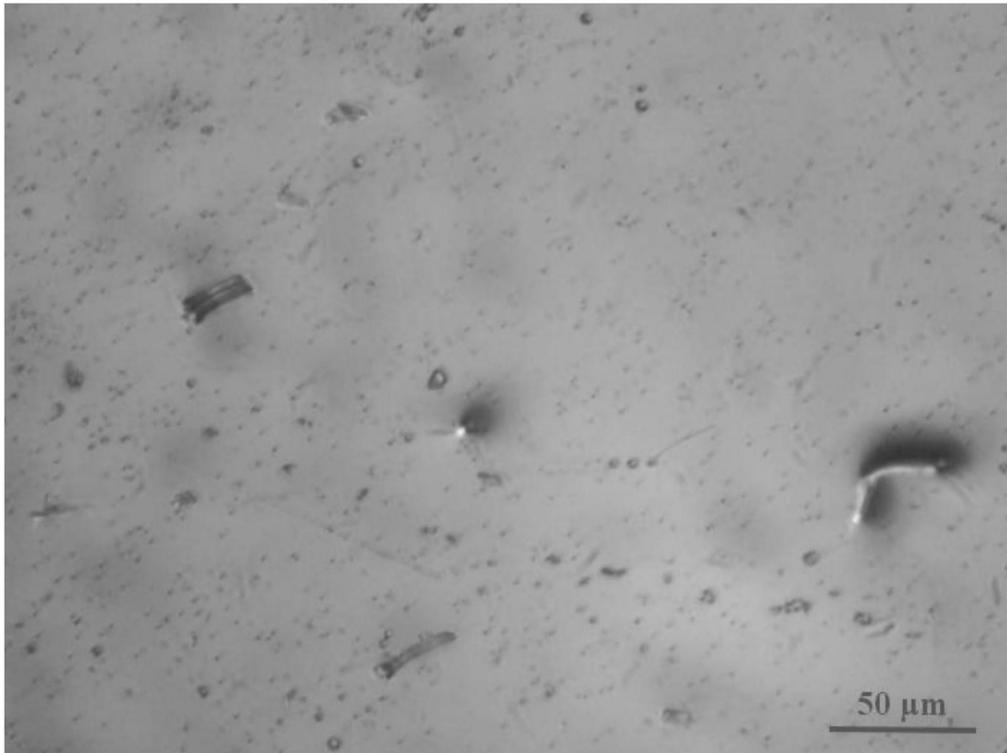


图2