

Effect of Diluent Content on the Performance of Circular Fiber Ring

Shuicheng Xiong Yanhong Ding* Xu Xiong

School of Materials and Advanced Manufacturing, Hunan University of Technology, Zhuzhou, Hunan, 412000, China

Abstract

PUA (polyurethane acrylate) is synthesized by hexamethylisocyanate (HDI) and molecular intermediate chain extender as the main raw materials, with methacrylate as the active diluent, and 1-hydroxy cyclohexyl methyl ketone (184), 4265 as the photoinitiator to prepare optical fiber ring. The effect of diluent content on the properties of the ring wound adhesive was investigated, and the preparation parameters of the ring wound adhesive were optimized to improve the properties of the fiber ring. The results show that when the content of diluent is too high, the colloid hardness is too large, it is easy to crack after aging, and when the content is too low, the bonding strength is not enough, and it is easy to fall off. When the diluent is 51.6%, the ring has good comprehensive performance, its solidified hardness is 75, the tensile strength is 30.53MPa, the hardness is 75, and the vitrification temperature is 172.6°C. At this time, the zero drift of the gyro is 0.0177°/h.

Keywords

diluent; annular ring; optical fiber ring; temperature characteristics

稀释剂含量对光纤环用绕环胶性能的影响

熊水城 丁燕鸿* 熊旭

湖南工业大学材料与先进制造学院, 中国·湖南 株洲 412000

摘要

采用六亚甲基二异氰酸酯 (HDI)、分子中间扩链剂等为主要原料合成的 PUA (聚氨酯丙烯酸酯), 以此为基体, 以甲基丙烯酸异冰片酯为活性稀释剂, 再以 1-羟基环己基苯基甲酮 (184)、4265 等为光引发剂, 制备光纤环用绕环胶。通过探讨稀释剂含量对绕环胶性能的影响, 优化绕环胶制备工艺参数, 提高光纤环性能。研究表明: 稀释剂含量过高时, 胶体硬度过大, 老化后易开裂, 含量过低时粘接强度不够, 易脱落。当稀释剂为 51.6% 时, 绕环胶具有较好的综合性能, 其固化后的硬度为 75、抗拉强度为 30.53MPa、硬度为 75, 玻璃化温度为 172.6°C, 此时陀螺的零漂为 0.0177°/h。

关键词

稀释剂; 绕环胶; 光纤环; 温度特性

1 引言

光纤陀螺仪是一种惯性导航的光纤传感器, 广泛应用于航天航空、航海及民用等领域^[1,2]。作为陀螺仪核心部件的光纤环, 是利用绕环胶将光纤绕制固化而成的, 其热性能和力学性能直接影响光纤陀螺仪的温度性能^[3]。由于陀螺仪的工作环境一般处于较为严苛的环境, 如高温、高紫外、高湿度等, 绕环胶会很容易出现变塑失效等情况^[4-6]。因此, 为了提高光纤环温度特性, 本研究对绕环胶制备工艺进行优化, 从稀释剂含量对光纤环绕环胶的性能影响出发^[7], 期望

找到最适合光纤环绕环胶用的稀释剂含量, 这对光纤环填充胶的选择有一定的实际指导意义。

2 绕环胶制备

采用聚氨酯丙烯酸酯聚合物为基体, 加入不同含量 (分别为 51.6%、54.6% 和 48.6%) 的甲基丙烯酸异冰片酯活性稀释剂, 在常温状态下搅拌均匀, 再引入一定比例的光引发剂 184 和 4265 的混合物, 再次通过搅拌器搅拌均匀, 将混合的树脂在真空干燥机中静置脱泡 24h 后, 分别制备三种试样, 分别命名为 PUA-AB (51.6%)、PUA-A1 (54.6%) 和 PUA-A2 (48.6%)。具体制备流程如图 1 所示。

3 结果与讨论

3.1 热分析

采用热重分析仪和差示扫描量热分析仪对试样进行测试, 全程通氮气气氛, 升温速率为 10°C/min, 升温范围为

【作者简介】熊水城 (2001-), 男, 中国湖南娄底人, 在读硕士, 从事材料与化工研究。

【通讯作者】丁燕鸿 (1968-), 女, 中国湖南攸县人, 博士, 高级工程师, 从事新能源材料研究。

23℃ ~500℃。通过对这三组固化后的试样的 TG-DTG 曲线、DSC 曲线进行分析, 对不同配比的固化胶进行研究, 试样 PUA-AB、PUA-A1、PUA-A2 的 TG-DTG、DSC 曲线见图 2, 相关数据见表 1, 定义 Tmax1、Tmax2 分别作为两段平台中热失重速率最快时对应的温度, T5% 为失重 5% 时对应的温度 (初始热分解温度), Tg 为玻璃化温度。

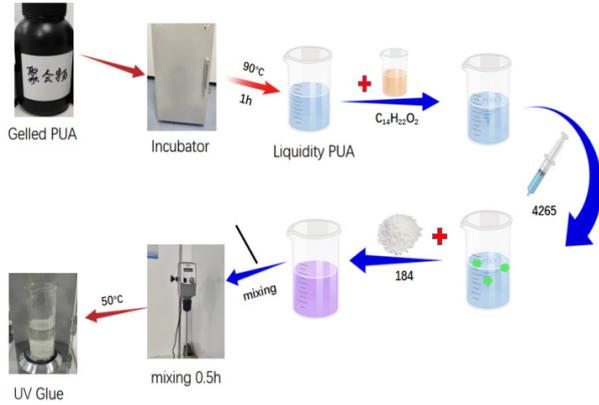
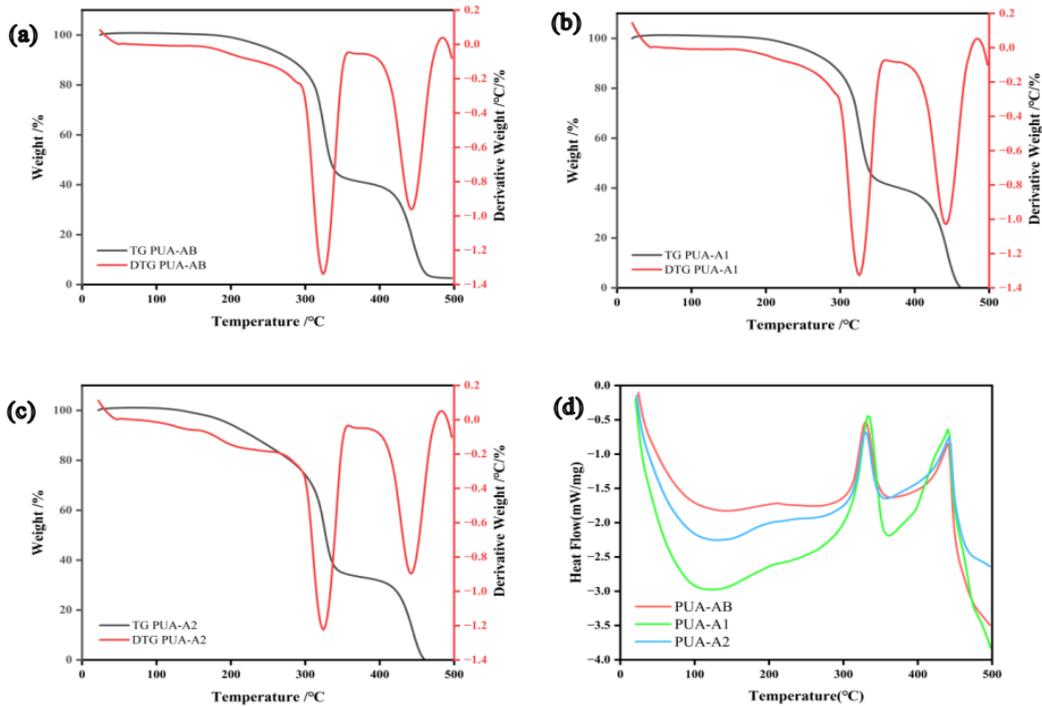


图 1 光纤环绕环胶制备流程示意图

每条 TG 曲线均有两个失重台阶, 每条 DTG 曲线均有两个失重峰, 这是因为聚氨酯丙烯酸酯 (PUA) 的热分解过程主要分为两个阶段、三种热解方式: ① PUA 主链硬段热解、断裂为二异氰酸酯和二元醇; ② 二元醇和其中一部分二异氰酸酯分解为胺类、烯烃以及 CO₂; ③ 另外一部分二异氰酸酯经一系列反应热解成异氰酸酯。由 TG 曲线和表 1 可以看出, PUA-AB 在 247.21℃ 时重量损失为 5wt%, PUA-A1 和 PUA-A2 失重 5wt% 所对应的温度分别为 256.41℃ 和 195.74℃, PUA-AB 和 PUA-A1 失重 5wt% 所对应的温度相差不大。PUA-A1 和 PUA-A2 在 500℃ 时的残炭量为负数, 说明在 500℃ 之前它们已经完全热解, 而 PUA-AB 还剩 2.55% 没有热解。可见 PUA-AB 的热稳定性优于 PUA-A1 和 PUA-A2。PUA-A1 的玻璃化转变温度相比试样 PUA-AB 高了 2.6℃, 说明在更高温度下 PUA-A1 的模量才会发生剧烈变化。PUA-A2 的初始热分解温度为 195.74℃, 说明在很早前 PUA-A2 已经开始分解。综合考虑 Tmax1、Tmax2、T5%、500℃ 残炭量、玻璃化转变温度这五个因素, 以试样 PUA-AB 的稀释剂含量作为合适配比所制得的固化胶更具优势。



(a) PUA-AB 的 TG-DTG 曲线; (b) PUA-A1 的 TG-DTG 曲线; (c) PUA-A2 的 TG-DTG 曲线; (d) PUA-AB、PUA-A1、PUA-A2 的 DSC 曲线

图 2 PUA-AB、PUA-A1、PUA-A2 的 TG-DTG、DSC 曲线

表 1 以稀释剂作为变量的不同配比的固化胶的热分析参数

试样	Tmax1 (°C)	Tmax2 (°C)	T5% (°C)	500℃残炭量 (%)	Tg (°C)
PUA-AB	324.25	444.25	247.21	2.55	172.6
PUA-A1	325.37	442.87	256.41	-1.71	175.2
PUA-A2	324.30	441.80	195.74	-1.70	167.2

3.2 力学性能测试分析

采用万能材料试验机(参照 GB/T 7124—2008),对三种试样进行拉伸测试,拉伸速率为 2.5mm/min。添加不同含量稀释剂,试样粘接强度和拉伸率的变化情况,如图 2 所示。活性稀释剂含量的不同,粘接强度和拉伸率存在着很大的差异。如图 3(a)所示,随着甲基丙烯酸异冰片酯含量的变化,试样 PUA-AB、PUA-A1 和 PUA-A2 的粘接强度依次为 30.53MPa、29.84MPa、31.15MPa,断裂伸长率依次为 0.75、0.69、0.8。当稀释剂含量增加时,粘接强度下降,断裂伸长率也下降,反之,粘接强度和断裂伸长率也上升,这是由于甲基丙烯酸异冰片酯的引入,导致双键含量变高,整体的附着下降,柔韧性下降^[8]。采用邵氏硬度计 D 测量固化后绕环胶硬度(参考国家标准 GB/T531-99),结果如图 3(b)所示。试样 PUA-AB、PUA-A1 和 PUA-A2 的硬度分别为 75.0、76.8、73.7。随着稀释含量的增加,硬度增加,稀释剂含量减少,硬度减小。这是由于稀释剂在光固化反应中,引入活性基团,增加了反应活性,稀释剂含量增多时,整体交联密度增加,固化速度加快,收缩应力也会变大,整体硬度上升^[9]。

3.3 黏度测试分析

采用粘度温控一体机测试绕环胶粘度,测试时温度 23℃,使用 27 号转子,转速 250RPM。绕环胶试样 PUA-

AB、PUA-A1 和 PUA-A2 的黏度值依次为:429cp、418cp 和 440cp。预聚体 PUA 的黏度一般都较高,活性稀释剂的增加会对绕环胶的黏度起到一个很好的稀释效果,稀释剂含量增加时黏度降低,而稀释剂含量降低时黏度增高。由于光纤环的绕环蘸胶需求,粘度过高会导致过胶时胶层过厚,影响光纤的应力释放,进而影响陀螺的温度和振动性能。粘度过低,会导致胶体流动性过大,光纤挂不上胶,从而无法进行固化。因此,本实验选择试样 PUA-AB,稀释剂含量为 51.6% 时,工艺参数比较合理。

3.4 老化试验分析

为了考察自制胶的抗老化性,分别采用绕环胶试样 PUA-AB、PUA-A1 和 PUA-A2,将光纤制作成三种光纤环,放进烘箱高低温循环老化一周(-40℃~85℃),观察开裂情况。结果表明,用 PUA-AB、PUA-A2 试样绕出的环并没有出现老化后的开裂,见图 4(a)图和(c)图,用 PUA-A1 绕出的环出现了裂纹,如图 4(b)图所示。这是因为高温情况下,分子活性提高,反应体系加快,会使大分子出现裂解和链结的断裂,进而导致胶体表面塑性及失效^[10]。PUA-A1 绕环胶稀释剂含量偏高,反应活性高,绕环胶固化后硬度大,柔韧性不好,收缩应力大,偏脆,老化失效后应力不均匀,从而出现开裂现象,开裂结果如图 4 所示。

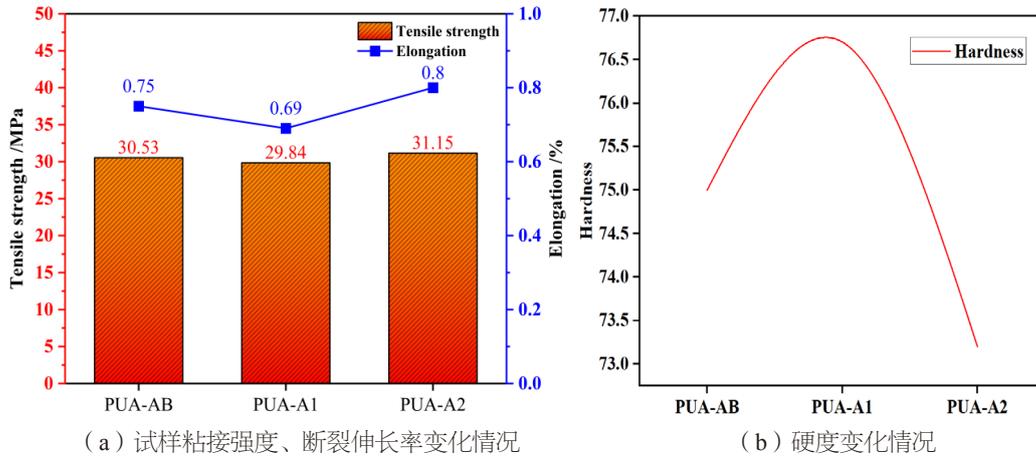


图 3 试样结果

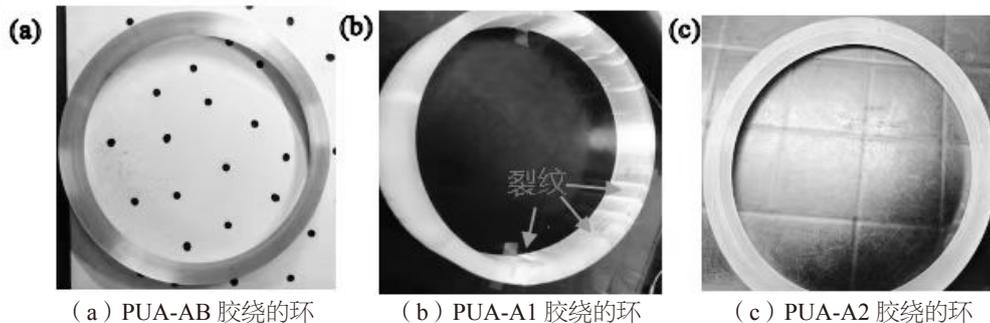


图 4 开裂结果

3.5 光纤环全温性能测试

光纤环全温性能测试:将配置好的胶与光纤绕制成环,将其组成测试系统,并将其放入温箱中根据测试方法进行全温性能测试,温度范围在(-40℃~60℃),观察环在高低温下的输出表现,重点关注其零偏稳定性(零漂)、极差,这两项数据可以看出陀螺在环境温度变化下的表现。零偏稳定性指输入角速度为零时,输出量围绕零偏均值的离散程度,极差指的是零偏最大值和最小值的差值^[11]。

表2为用以上三款绕环胶试样绕成环而组成测试系统所得到的常温零偏、零漂和极差三种参数。可以看出,三种胶的常温零偏值都比较低,最低为0.200876°/h,PUA-AB试样绕出的环较PUA-A1、PUA-A2试样绕出的环而言,零漂和极差都更低,表现更好。综合来看,以PUA-AB试样组成的系统,陀螺的性能更过关。

表2 光纤环测试结果表

编号	常温零偏	零漂	极差
PUA-AB 环	0.200876°/h	0.0177°/h	0.0379°/h
PUA-A1 环	0.250338°/h	0.0214°/h	0.0725°/h
PUA-A2 环	0.22544°/h	0.0185°/h	0.0602°/h

4 结论

通过分析稀释剂含量对绕环胶的性能影响,可以得出,当稀释剂含量增多,反应体系的双键含量就会提升,整个反应过程就会加快,随之而来的就是固化过程加快,交联密度

增大,固化后硬度增大,整体造成的收缩应力也增大,胶体的柔韧性下降,附着力会变小。综合考虑热力学性质、力学性能、硬度、黏度、老化情况,再结合陀螺的全温性能测试,得到稀释剂含量为51.6%所制得的绕环胶综合性能最佳。

参考文献

- [1] 贾璇.北斗+民航迈出关键一步全球航空公司今后可用北斗导航[J].中国经济周刊,2023(24):82-83.
- [2] 王巍.新型惯性技术发展及在宇航领域的应用[J].红外与激光工程,2016,45(3):11-16.
- [3] 黄冬.高精度光纤陀螺仪的研究[D].西安:西安石油大学,2019.
- [4] 李鹏.光纤陀螺性能改善技术研究[J].科技风,2018(23):252+254.
- [5] 文伟.环氧胶粘剂大气环境老化行为研究[D].北京:机械科学研究总院,2008.
- [6] 曹敏,寿芳,马超.光纤陀螺高可靠、长寿命保证技术探讨[J].装备环境工程,2013,10(4):76-79+113.
- [7] 何明俊,胡孝勇,柯勇.UV固化聚氨酯丙烯酸酯涂料的研究进展[J].中国胶粘剂,2017,26(10):49-53.
- [8] 徐晓维,徐徐,魏柏松,等.甲基丙烯酸异冰片酯的合成及性能研究[J].南京林业大学学报(自然科学版),2013,37(4):133-138.
- [9] 宋彩雨,王磊,孙明明,等.活性稀释剂对紫外光固化树脂性能的影响[J].化学与黏合,2017,39(2):94-97+111.
- [10] 文伟.环氧胶粘剂大气环境老化行为研究[D].北京:机械科学研究总院,2008.
- [11] 刘涵.光纤陀螺集成化关键技术研究[D].北京:中国运载火箭技术研究院,2023.