



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 118727436 B

(45) 授权公告日 2024.11.01

(21) 申请号 202411212570.7

D06M 11/83 (2006.01)

(22) 申请日 2024.08.30

D06M 13/513 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

D06M 14/36 (2006.01)

申请公布号 CN 118727436 A

D06M 15/333 (2006.01)

(43) 申请公布日 2024.10.01

H05K 9/00 (2006.01)

(73) 专利权人 广州光驭超材料有限公司

D06M 101/40 (2006.01)

地址 510000 广东省广州市黄埔区云埔街
开源大道11号B7栋101室

(72) 发明人 胡永健 田丰 南涵漪 郑子剑

(56) 对比文件

CN 101885915 A, 2010.11.17

(74) 专利代理机构 广东颖联知识产权代理事务
所(普通合伙) 44647
专利代理人 钟作亮

CN 103374203 A, 2013.10.30

审查员 巨青松

(51) Int.Cl.

D06M 11/49 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图9页

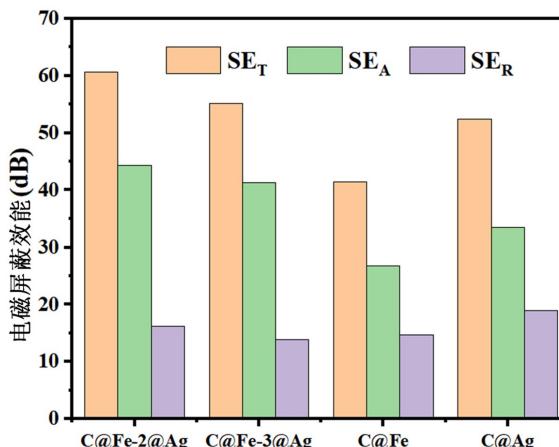
D06M 11/38 (2006.01)

(54) 发明名称

一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布
及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布及其制备方法，包括纤维布，所述纤维布的表面通过磁性粘接剂固化形成磁性粘接层，所述磁性粘接剂包括粘接剂和超顺磁四氧化三铁；所述磁性粘接层表面包覆有银镀层；银镀层由银氨溶液还原沉积形成，所述磁性粘接层表面设有催化剂、提高银附着力的聚合物。磁性复合纤维布具有优异的磁损耗与电导损耗能力，电磁屏蔽能力强，而且磁性复合纤维布能经受连续弯折测试考验，可在多种复杂的应用场景中起到长期且稳定的电磁屏蔽的作用，同时该磁性复合纤维布的制备方法简单且快捷，反应温和。



1. 一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

步骤一：将铁盐和亚铁盐水溶液加入反应器中，在隔绝氧气的条件下向反应器中缓慢滴加碱溶液，碱溶液滴加完毕后，反应一段时间；再加入亲水性表面活性剂继续反应一段时间，得到超顺磁四氧化三铁纳米粒子，并洗净干燥超顺磁四氧化三铁纳米粒子；

步骤二：通过碱性溶液对纤维布表面进行粗化处理；

步骤三：将超顺磁四氧化三铁纳米粒子均匀分散在粘接剂中形成磁性粘接剂；将粗化的纤维布浸泡在磁性粘接剂一段时间，再取出纤维布，固化磁性粘接剂，得到超顺磁纤维布；

步骤四：将超顺磁纤维布浸泡在硅烷化试剂中，硅烷化超顺磁纤维布，再将硅烷化后超顺磁纤维布浸泡在接枝聚合单体溶液中，并加入聚合引发剂反应一段时间；聚合完成后将纤维布浸泡在四氯钯酸盐中，使得纤维布表面附着 $[PdC14]^{2-}$ ；

步骤五：将纤维布浸泡在银氨溶液中，并缓慢滴加还原剂，水浴加热反应一段时间，得到具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布；

所述纤维布为粗化的亲水性纤维布，所述粘接剂为聚乙烯醇、聚氨酯树脂、丙烯酸树脂、酚醛树脂中的至少一种；

所述超顺磁四氧化三铁与粘接剂质量比为0.1~5:1；

所述步骤三中，硅烷化试剂包括C_{1~4}醇、C_{1~4}酸、去离子水和3-(三甲氧基甲硅基)甲基丙烯酸丙酯；

所述接枝聚合单体为含三甲基铵盐的丙烯酸脂类单体。

2. 根据权利要求1所述的一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法，其特征在于，所述步骤四中，聚合反应的温度为50~90℃，聚合时间为1~12h。

3. 根据权利要求1所述的一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法，其特征在于，所述步骤四中，纤维布浸泡在四氯钯酸盐发生离子交换反应温度为10~60℃，反应时间为10~300min。

4. 根据权利要求1所述的一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法，其特征在于，所述步骤五中，还原剂为葡萄糖、柠檬酸、抗坏血酸、酒石酸钾钠中的至少一种。

5. 一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布，其特征在于，通过权利要求1所述的具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布制备方法制得。

一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料领域,特别涉及一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着电子信息技术的发展和无线传递信息的广泛应用,人们越来越依赖于各种电磁波传输的设备,这些电子设备在使用的过程中产生的电磁污染危害不容忽视。由电磁波引起的电磁污染主要体现在两方面:一是危害人体健康,人长期生活在受电磁波污染的环境中,会对神经系统、内分泌系统造成一定的负面影响;另一方面是干扰电子设备的正常功能,频率相近的电磁波会对周围的电子装置和通信系统的运行造成信号干扰,影响设备接收和传递通信信号,甚至产生信息安全问题。因此,开发具有高电磁波屏蔽性能的电磁防护材料以加强人体防护、缓解各辐射源相互干扰,具有重要的研究意义和应用前景。

[0003] 电磁屏蔽织物作为一种新兴的柔性电磁屏蔽材料,通过织物与电磁屏蔽材料的复合加工,能够灵活应用于各种电磁屏蔽领域与场景。四氧化三铁作为一种拥有良好的磁学性能的物质,对电磁波可起到磁导损耗的作用,并且四氧化三铁原料丰度高,成本低廉,合成方法简单,但其导电性弱与易氧化的特点,限制了四氧化三铁在电磁屏蔽应用范围。因此将四氧化三铁与其它导电材料复合以增强电导损耗和稳定性是当下的研究热门。

[0004] 例如公开号为CN105219895A的中国专利公开了一种具有电磁屏蔽性能的皮革及其制备方法,使用金属粉末、四氧化三铁粉末与特定溶剂混合后制备得分散液,将分散液喷涂在表面上含有成膜剂的动物皮革上,再喷涂一层成膜剂烘干后得到电磁屏蔽皮革。该双层高分子膜有效保护了处于夹心层的电磁屏蔽材料,防止金属粉末受到氧化,但成膜剂可能进入金属粉末间隙中,降低夹心层中金属粉末的导电率,进而导致电磁屏蔽效果下降,同时动物皮革容易受到微生物的分解破坏作用,使得电磁屏蔽皮革使用期限较短。

[0005] 又例如公开号为CN114351443A的中国专利公开了一种基于四氧化三铁/聚吡咯的电磁屏蔽织物的生产方法,通过溶剂热法、配体交换法得到四氧化三铁粉末,与吡咯混合后,在氯化铁的氧化聚合下得到单分散的四氧化三铁/聚吡咯复合纳米颗粒,再将复合颗粒分散于硅油后涂覆在凯拉夫纤维上制备得到电磁屏蔽织物。聚吡咯包覆层有效地防止了四氧化三铁粉末的氧化,同时聚吡咯具有良好的导电性,极大的提高了电磁效果,但导电高分子聚合物本身在光照、有氧的条件下不稳定,且本身材质呈现硬而脆的特点,在织物上的实际应用仍有一定局限性。

[0006] 还例如公开号为CN110804772A的中国专利公开了一种电磁屏蔽纺织物用核壳型纤维及制备方法,将四氧化三铁与高导电、高比表面积的石墨烯吹制进玻璃微球中,利用复合玻璃微球与聚丙烯酰胺、涤纶与四氯乙烷分别制备得磁性核层纺丝液与涤纶壳层纺丝液,再通过同轴静电纺丝法合成具有优异电磁屏蔽性能的核壳型纤维。该核层中的玻璃结构提高了四氧化三铁与石墨烯在复合纤维中的分散性,有效地保护了起电磁屏蔽作用的主要材料,使电导损耗与磁损耗协同发挥作用,而壳层的涤纶纤维则有效地提高了复合纤维

的韧性与人体亲和性。但该方法中复合玻璃微球的合成过程需要在高温高压的环境下进行,而静电纺丝法对外部条件要求苛刻,且产量极低,难以实现工业化。

[0007] 鉴于此,本发明提出一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布及其制备方法,以解决上述问题。

发明内容

[0008] 本发明为了克服上述技术的不足,提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布,具有优异的磁损耗与电导损耗能力,电磁屏蔽能力强,而且磁性复合纤维布能经受连续弯折测试考验,可在多种复杂的应用场景中起到长期且稳定的电磁屏蔽的作用。

[0009] 为实现上述目的,本发明提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布,包括纤维布,所述纤维布的表面通过磁性粘接剂固化形成磁性粘接层,所述磁性粘接剂包括粘接剂和超顺磁四氧化三铁;所述磁性粘接层表面包覆有银镀层。

[0010] 优选地,所述银镀层由银氨溶液还原沉积形成,所述磁性粘接层表面设有催化剂、提高银附着力的聚合物。

[0011] 优选地,所述纤维布为粗化的亲水性纤维布,所述粘接剂为聚乙烯醇、聚氨酯树脂、丙烯酸树脂、酚醛树脂中的至少一种。

[0012] 优选地,所述超顺磁四氧化三铁与粘接剂质量比为0.1~5:1。

[0013] 本发明为了克服上述技术的不足,还提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法,操作简单,反应条件温和。

[0014] 一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法,包括以下步骤:

[0015] 步骤一:将铁盐和亚铁盐水溶液加入反应器中,在隔绝氧气的条件下向反应器中缓慢滴加碱溶液,碱溶液滴加完毕后,反应一段时间;再加入亲水性表面活性剂继续反应一段时间,得到超顺磁四氧化三铁纳米粒子,并洗净干燥超顺磁四氧化三铁纳米粒子;

[0016] 步骤二:通过碱性溶液对纤维布表面进行粗化处理;

[0017] 步骤三:将超顺磁四氧化三铁纳米粒子均匀分散在粘接剂中形成磁性粘接剂;将粗化的纤维布浸泡在磁性粘接剂一段时间,再取出纤维布,固化磁性粘接剂,得到超顺磁纤维布;

[0018] 步骤四:将超顺磁纤维布浸泡在硅烷化试剂中,硅烷化超顺磁纤维布,再将硅烷化后超顺磁纤维布浸泡在接枝聚合单体溶液中,并加入聚合引发剂反应一段时间;聚合完成后将纤维布浸泡在四氯钯酸盐中,使得纤维布表面附着 $[PdCl_4]^{2-}$;

[0019] 步骤五:将纤维布浸泡在银氨溶液中,并缓慢滴加还原剂,水浴加热反应一段时间,得到具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布。

[0020] 优选地,所述步骤三中,硅烷化试剂包括3-(三甲氧基甲硅基)甲基丙烯酸丙酯、C_{1~4}醇、C_{1~4}酸和去离子水。

[0021] 优选地,所述步骤四中,聚合反应的温度为50~90°C,聚合时间为1~12h。

[0022] 优选地,所述接枝聚合单体为含三甲基铵盐的丙烯酸脂类单体。

[0023] 优选地,所述步骤四中,纤维布浸泡在四氯钯酸盐发生离子交换反应温度为10~60°C,反应时间为10~300min。

[0024] 优选地,所述步骤五中,还原剂为葡萄糖、柠檬酸、抗坏血酸、酒石酸钾钠中的至少

一种。

[0025] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0026] 1.本发明通过粘接剂将超顺磁四氧化三铁均匀固化在纤维布的表面,超顺磁四氧化三铁能够对电磁波起到磁导损耗的作用,而且超顺磁四氧化三铁为纳米尺寸,比表面积高,能够更充分地与电磁波相互作用,从而增强对电磁波的吸收和散射效果。而且粘接剂的包裹超顺磁四氧化三铁,避免在潮湿环境下超顺磁四氧化三铁进一步氧化,同时能够防止超顺磁四氧化三铁与其他物质反应或超顺磁四氧化三铁表面吸附其他物质,避免其它物质影响超顺磁四氧化三铁的电磁屏蔽能力。

[0027] 2.银镀层具有高电导率,使得磁性复合纤维布具有高电导损耗作用,电导损耗会导致电磁波在传播过程中能量逐渐衰减。当电磁波遇到高电导率的屏蔽材料时,部分能量会被转化为热能而损耗掉,从而降低电磁波的强度。而且银镀层还能够提高纤维布的抗磨损能性、强度和韧性,纤维布能够经受苛刻的重复弯曲测试。

[0028] 3.本发明通过铁离子与亚铁离子在碱性的环境下合成超顺磁四氧化三铁,该过程合成速率快且转化率高,而且合成过程中加入亲水性表面活性剂,避免超顺磁四氧化三铁团聚成块,超顺磁四氧化三铁为纳米尺寸且粒径分布较窄,具有超顺磁性。后续经过亲水性表面活性剂修饰的超顺磁四氧化三铁能够均匀分散在粘接剂中,有助于超顺磁四氧化三铁均匀分布在纤维布上。

[0029] 4.本发明在沉积银镀层之前,使用硅烷化试剂处理纤维布,使得纤维布表面与聚合物连接,而聚合物易于吸附钯盐,钯盐作为良好的催化剂与还原位点,有效地辅助银离子的还原,该镀银方法简单且快捷,反应温和。

附图说明

[0030] 图1是本发明的超顺磁四氧化三铁的SEM测试分析图;

[0031] 图2是本发明的超顺磁四氧化三铁的颗粒粒径分布图;

[0032] 图3是本发明的超顺磁四氧化三铁的XRD图谱;

[0033] 图4是本发明的超顺磁四氧化三铁的磁滞回线;

[0034] 图5是本发明的实施例1的磁性复合纤维布磁吸的示意图;

[0035] 图6是本发明的实施例2的磁性复合纤维布磁吸的示意图;

[0036] 图7是实施例1~2、对比例1~2的电磁屏蔽测试结果;

[0037] 图8是实施例2重复多次弯折后的电磁屏蔽测试结果;

[0038] 图9是实施例2重复多次弯折后的电阻变化分析图;

[0039] 本发明的实现、功能特点及优点将结合实施例,参照附图做进一步说明。

具体实施方式

[0040] 以下通过实施例对本发明特征及其它相关特征作进一步详细说明,以便于同行业技术人员的理解:

[0041] 本发明的实施例提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布,包括纤维布,所述纤维布的表面通过磁性粘接剂固化形成磁性粘接层,所述磁性粘接剂包括粘接剂和超顺磁四氧化三铁;所述磁性粘接层表面包覆有银镀层。

[0042] 在一些实施例中,所述银镀层由银氨溶液还原沉积形成,所述磁性粘接层表面设有催化剂、提高银附着力的聚合物。

[0043] 在一些实施例中,所述纤维布为粗化的亲水性纤维布,所述粘接剂为聚乙烯醇、聚氨酯树脂、丙烯酸树脂、酚醛树脂中的至少一种。

[0044] 在一些实施例中,所述超顺磁四氧化三铁与粘接剂质量比为0.1~5:1。

[0045] 本发明的实施例还提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法,包括以下步骤:

[0046] 步骤一:将铁盐和亚铁盐水溶液加入反应器中,在隔绝氧气的条件下向反应器中缓慢滴加碱溶液,碱溶液滴加完毕后,反应一段时间;再加入亲水性表面活性剂继续反应一段时间,得到超顺磁四氧化三铁纳米粒子,并洗净干燥超顺磁四氧化三铁纳米粒子;

[0047] 步骤二:通过碱性溶液对纤维布表面进行粗化处理;碱性溶液能将纤维布表面的油脂类污渍水解并除去,且纤维中部分酯基可水解为羧基,增加了纤维布的亲水性与粘接剂稳定结合的能力。

[0048] 步骤三:将超顺磁四氧化三铁纳米粒子均匀分散在粘接剂中形成磁性粘接剂;将粗化的纤维布浸泡在磁性粘接剂一段时间,再取出纤维布,固化磁性粘接剂,得到超顺磁纤维布;

[0049] 步骤四:将超顺磁纤维布浸泡在硅烷化试剂中,硅烷化超顺磁纤维布,再将硅烷化后超顺磁纤维布浸泡在接枝聚合单体溶液中,并加入聚合引发剂反应一段时间;聚合完成后将纤维布浸泡在四氯钯酸盐中,使得纤维布表面附着 $[PdCl_4]^{2-}$;

[0050] 步骤五:将纤维布浸泡在银氨溶液中,并缓慢滴加还原剂,水浴加热反应一段时间,得到具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布。

[0051] 在一些实施例中,所述步骤一中,Fe³⁺与Fe²⁺的摩尔比为1.5~2.2:1。

[0052] 在一些实施例中,所述步骤一的碱溶液为氢氧化钠溶液。

[0053] 在一些实施例中,所述氢氧化钠与Fe²⁺的摩尔比为8~12:1。

[0054] 在一些实施例中,所述步骤一在水浴加热条件下合成超顺磁四氧化三铁,水浴加热的温度为30~70℃。

[0055] 在一些实施例中,所述步骤一的碱溶液滴加完毕后,继续保温陈化反应时间15~60min。

[0056] 在一些实施例中,所述亲水性表面活性剂为聚乙二醇、柠檬酸钠、十二烷基磺酸钠、十六烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠中的至少一种。

[0057] 在一些实施例中,所述亲水性表面活性剂与超顺磁四氧化三铁的质量比为0.01~0.2:1。

[0058] 在一些实施例中,所述步骤一的亲水性表面活性剂添加完毕后,在60~90℃下反应30~240min。

[0059] 在一些实施例中,所述纤维布为碳纤维布、聚酯纤维布、芳纶纤维布其中一种。

[0060] 在一些实施例中,所述步骤二的碱性溶液为氢氧化钠溶液,浓度为0.5~10mol/L。

[0061] 在一些实施例中,所述步骤二在水浴加热条件下合成粗化纤维布,水浴加热的温度为40~80℃。

[0062] 在一些实施例中,所述步骤二的粗化反应时间为30~240min。

[0063] 在一些实施例中,所述步骤三中,硅烷化试剂包括3- (三甲氧基甲硅基) 甲基丙烯酸丙酯、C_{1~4}醇、C_{1~4}酸和去离子水。

[0064] 在一些实施例中,所述步骤四中,聚合反应的温度为50~90°C,聚合时间为1~12h。

[0065] 在一些实施例中,所述接枝聚合单体为含三甲基铵盐的丙烯酸脂类单体。

[0066] 在一些实施例中,所述聚合引发剂为高锰酸钾、过硫酸盐其中一种。

[0067] 在一些实施例中,所述接枝聚合单体聚合温度为50~90°C;聚合反应时间为1~12h。

[0068] 在一些实施例中,所述步骤四中,纤维布浸泡在四氯钯酸盐发生离子交换反应温度为10~60°C,反应时间为10~300min。

[0069] 在一些实施例中,所述步骤五中,还原剂为葡萄糖、柠檬酸、抗坏血酸、酒石酸钾钠中的至少一种。

[0070] 在一些实施例中,所述步骤五的银氨溶液还原反应温度为20~60°C, 反应时间为15~240min。

[0071] 实施例1

[0072] 本发明的实施例1提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法,包括以下步骤:

[0073] 步骤一:将15.6 g FeCl₃和9.5 g FeCl₂ · 4H₂O超声溶解于40g纯净水中,并将上述溶液转移到三颈烧瓶中,水浴加热至40°C,开启超声装置对三颈烧瓶的试剂快速搅拌,同时通入氮气除氧30 min。

[0074] 将15.5 g NaOH溶解于36.0 g纯净水中,使用蠕动泵将所得NaOH溶液加入到反应体系中,待滴加完毕后,将反应体系在特定温度下保温30 min。

[0075] 将1.0 g柠檬酸三钠溶解于4.0 g纯化水中得到亲水性表面活性剂,将其分别加入到反应体系中,将反应温度提升至90 °C,期间使用冷凝管冷凝回流水蒸气并持续通入N₂,保温反应四小时后得到柠檬酸钠修饰的超顺磁四氧化三铁。

[0076] 之后,用纯净水清洗超顺磁四氧化三铁3次,干燥得到超顺磁四氧化三铁。

[0077] 步骤二:将碳纤维布置于2mol/L的NaOH溶液中,室温下浸泡1h。然后取出碳纤维布并用去离子水冲洗5遍,通过烘箱中干燥,得到粗化的亲水性碳纤维布。

[0078] 步骤三:将聚乙烯醇和去离子水以1:9的质量比进行混合,放置于85 °C的水浴中进行加热并不断搅拌,直至聚乙烯醇完全溶解,然后边搅拌边让其冷却至室温,配置成质量分数为10%聚乙烯醇溶液。取2 g步骤一制备所得的超顺磁四氧化三铁分散到10 ml的聚乙烯醇溶液中,超声分散30 min,得到磁性粘接剂。

[0079] 将步骤二得到的碳纤维布浸渍到磁性粘接剂中,超声处理30min,之后取出碳纤维布,并去除表面多余的磁性粘接剂,将碳纤维布表面固化,获得超顺磁碳纤维布。

[0080] 步骤四:将超顺磁碳纤维布浸泡在硅烷化试剂中静置1 h。硅烷化试剂包括以下体积分数的组分:95% 3- (三甲氧基甲硅基) 甲基丙烯酸丙酯的乙醇溶液、1%乙酸和4%去离子水,

[0081] 其中3- (三甲氧基甲硅基) 甲基丙烯酸丙酯的乙醇溶液包括体积分数为4% 3- (三甲氧基甲硅基) 甲基丙烯酸丙酯,96%乙醇。将40ml [2- (甲基丙烯酰氧基) 乙基]三甲基氯化铵溶解于200 ml去离子水中,得到接枝聚合单体试剂。再将硅烷化的碳纤维布浸泡在接枝聚合单体试剂中,之后加入400 mg高锰酸钾,在80 °C下聚合反应3 h。

[0082] 将聚合完成后的碳纤维布放入5mmol/L四氯钯酸铵溶液中,静置30min,通过离子交换反应使碳纤维布表面附着上 $[PdCl_4]^{2-}$ 催化剂。

[0083] 步骤五:在100 ml 30 g/L的硝酸银溶液中滴加质量分数为25%的氨水至溶液从澄清转变成暗灰色再转变成透明清澈,停止滴加氨水,制得银氨溶液。将60 g葡萄糖与6g四水合酒石酸钾钠溶解于纯净水中,得到还原溶液。将表面附着有 $PdCl_4^{2-}$ 的碳纤维布浸泡在银氨溶液中30 min,将还原溶液逐滴加到银氨溶液中,室温下反应2 h。将碳纤维布取出,用去离子水清洗3次,再用无水乙醇清洗两次。室温下进行干燥,即可获得具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布,命名为C@ Fe-2@Ag。

[0084] 实施例2

[0085] 本发明的实施例2提供了一种具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布的制备方法,使用 3g超顺磁四氧化三铁制备具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布,命名为C@ Fe-3Ag。实施例2除了超顺磁四氧化三铁的用量与实施例1的不同,其他操作步骤与实施例1一致。

[0086] 对比例1

[0087] 本发明的对比例1提供了一种磁性复合纤维布的制备方法,包括实施例1的步骤一、二、三,但对比例1使用3g超顺磁四氧化三铁制备磁性复合纤维布,命名为C@Fe。

[0088] 对比例2

[0089] 本发明的对比例2提供了一种复合纤维布的制备方法,包括实施例1的步骤二、四、五,制得的复合纤维布命名为C@ Ag。

[0090] 一. 对实施例1制得超顺磁四氧化三铁进行SEM测试分析,如图1所示,扫描电镜图中超顺磁四氧化三铁呈球状纳米颗粒团聚体。如图2所示,经统计分析粒径可知,单颗粒的粒径分布在20~70 nm范围内,粒径分布较窄,平均粒径为46nm。

[0091] 通过X-射线衍射分析超顺磁四氧化三铁,如图3所示,衍射峰在 $2\theta=30.01^\circ$ 、 35.45° 、 43.09° 、 56.98° 、 62.58° 分别对应(2, 2, 0)、(3, 1, 1)、(4, 0, 0)、(5, 1, 1)和(4, 4, 0)晶面,说明所制备的超顺磁四氧化三铁具有反尖晶石结构,与标准 Fe_3O_4 的XRD谱图比较,各个衍射峰的位置和强度都基本符合,且物相单一,无其他杂质晶相的衍射峰存在,说明产物具有高的纯度。

[0092] 二. 使用振动样品磁强计测定实施例1的超顺磁四氧化三铁的磁性能,如图4所示,超顺磁四氧化三铁的饱和磁化强度为63.5 emu/g,且未出现剩余磁化强度和矫顽力,说明其具有良好的超顺磁性。

[0093] 三. 对实施例1~2的具有电磁屏蔽作用的磁性复合纤维布进行磁性测试。使用磁铁分别磁吸样品C@ Fe-2@Ag、C@ Fe-3@Ag,如图5~6所示,C@ 样品Fe-2@Ag、C@ Fe-3@Ag均可被磁铁吸附,说明本发明的制备方法能够使超顺磁四氧化三铁成功纤维布上,后续沉积银镀层也不会导致超顺磁四氧化三铁脱落。

[0094] 四. 对实施例1~2、对比例1~2的复合纤维布进行电磁屏蔽测试。用样品C@Fe-2@Ag、C@ Fe-3@Ag、C@Fe、C@Ag对8.2~12.4GHz的电磁波屏蔽,如图7所示,总屏蔽效能 SE_T 平均值分别为60.6 dB、55.2 dB、41.5 dB、52.4dB。实施例1~2的电磁屏蔽能力优于对比例1~2,说明超顺磁四氧化三铁与银镀层协同作用,增强了织物的电磁屏蔽效能。

[0095] 而对比实施例1~2,C@Fe-2@Ag的电磁屏蔽效能优于C@ Fe-3@Ag,这是由于磁性粘接剂中超顺磁四氧化三铁含量较多,可能导致超顺磁四氧化三铁裸露在磁性粘接层表面,

影响银试剂沉积，导致纤维布的电磁屏蔽能力有所下降。

[0096] 五. 对实施例2的样品C@Fe-3@Ag进行重复弯曲测试。将样品C@Fe-3@Ag对半弯曲贴合为双层纤维布，将双层纤维布命名为D-C@Fe-3@Ag。在弯曲半径为5mm的条件下弯折10000次后，将弯折双层纤维布命名为D-C@Fe-3@Ag-10000。

[0097] 将样品D-C@Fe-3@Ag与D-C@Fe-3@Ag-10000对8.2~12.4GHz的电磁波屏蔽，如图8所示，样品D-C@Fe-3@Ag和D-C@Fe-3@Ag-10000的电磁波总屏蔽效能 SE_T 平均值分别为83.1dB，弯曲测试后相比初始的总屏蔽效能下降了14.8%，仍保持优异的电磁屏蔽性能。

[0098] 在样品C@Fe-3@Ag重复弯曲过程中，测试每次弯曲后纤维布的电阻，测试电阻时，纤维布为单层。如图9所示，样品C@Fe-3@Ag未弯曲时电阻为 1.169Ω ，电导率为 $78.5\text{S}/\text{cm}$ ，弯曲10000次后电阻为 1.22Ω ，电导率为 $69.4\text{ S}/\text{cm}$ 电阻上升了4.3%。与电阻在10000次弯曲测试后变化较小，仍对电磁波保持较高的电导损耗能力。

[0099] 在样品C@Fe-3@Ag重复弯曲过程中，从大约弯曲第7000~10000次时，纤维布的电阻增加速度逐渐减缓，说明本发明的纤维布在大量次弯曲过程中，纤维布内部结构在弯曲过程中能够保持稳定，这得益于粘接剂将超顺磁四氧化三铁固化在纤维布上，而且银镀层提高了纤维布的抗磨损性能、强度和韧性，使得在纤维布弯折的过程中纤维布内部不易发生断裂或严重的结构变化，纤维布具有良好的柔性。

[0100] 以上所述仅为本发明的优选实施例，并非因此限制本发明的专利范围，凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等效结构变换，或直接或间接运用在其他相关的技术领域，均同理包括在本发明的专利保护范围内。

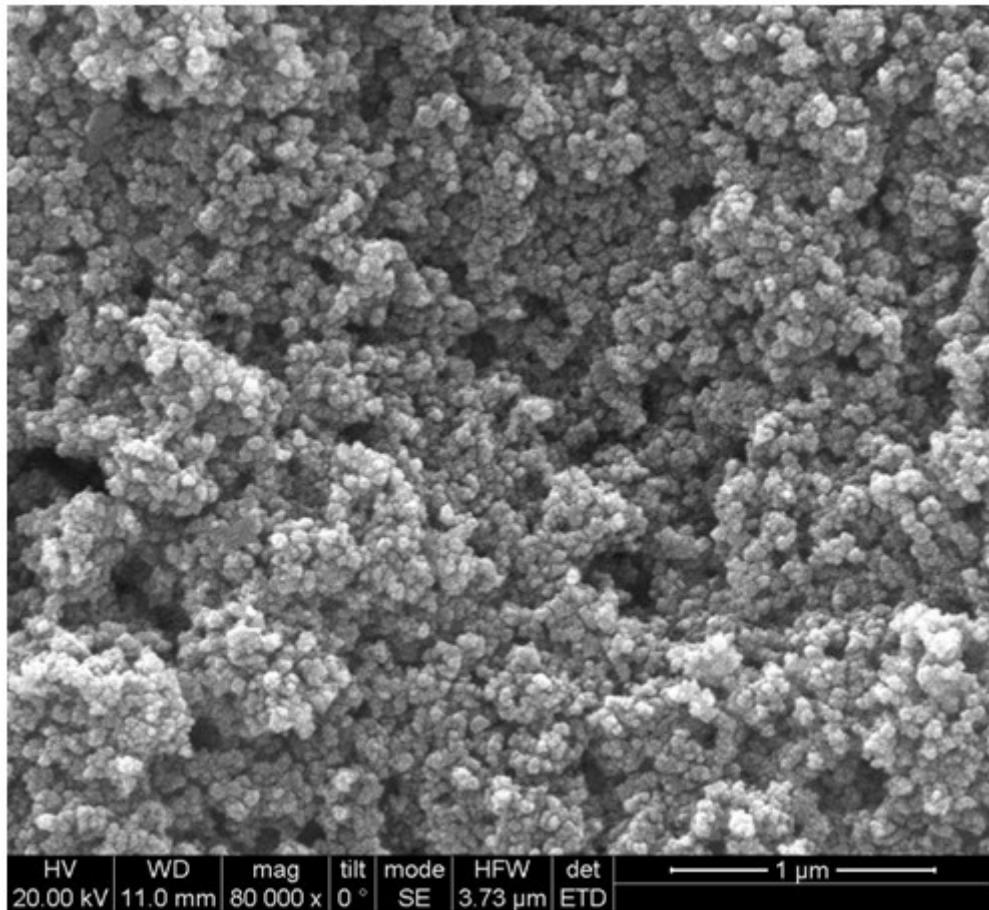


图1

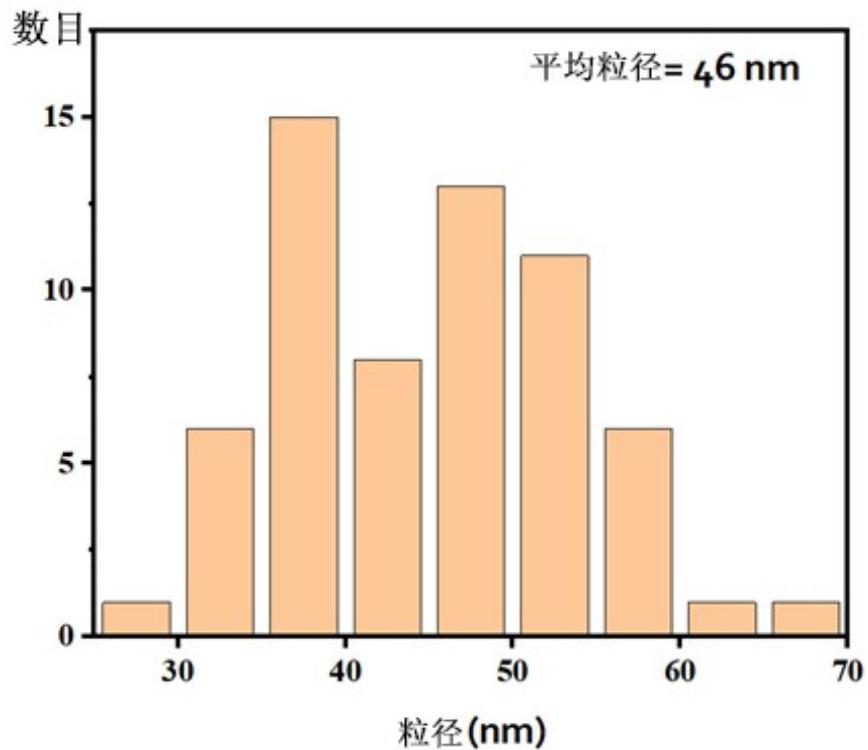


图2

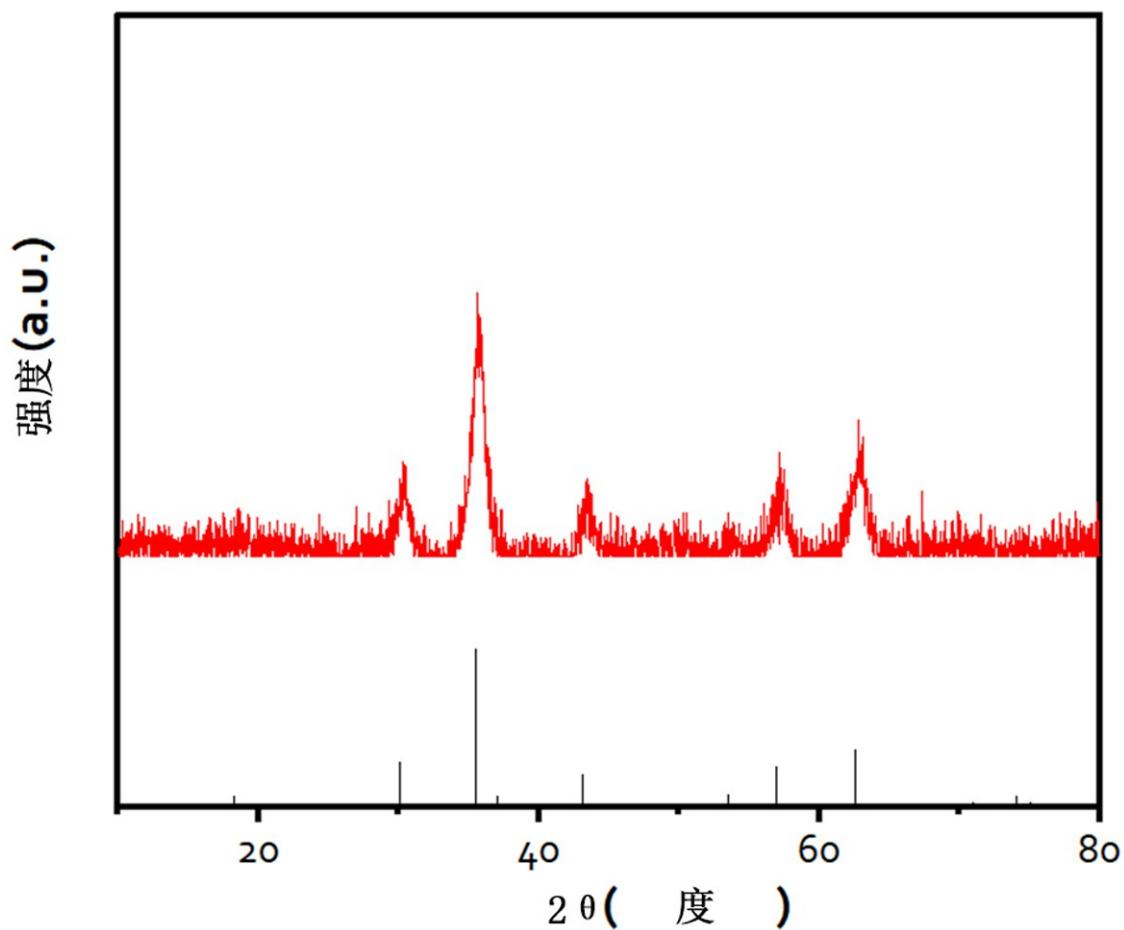


图3

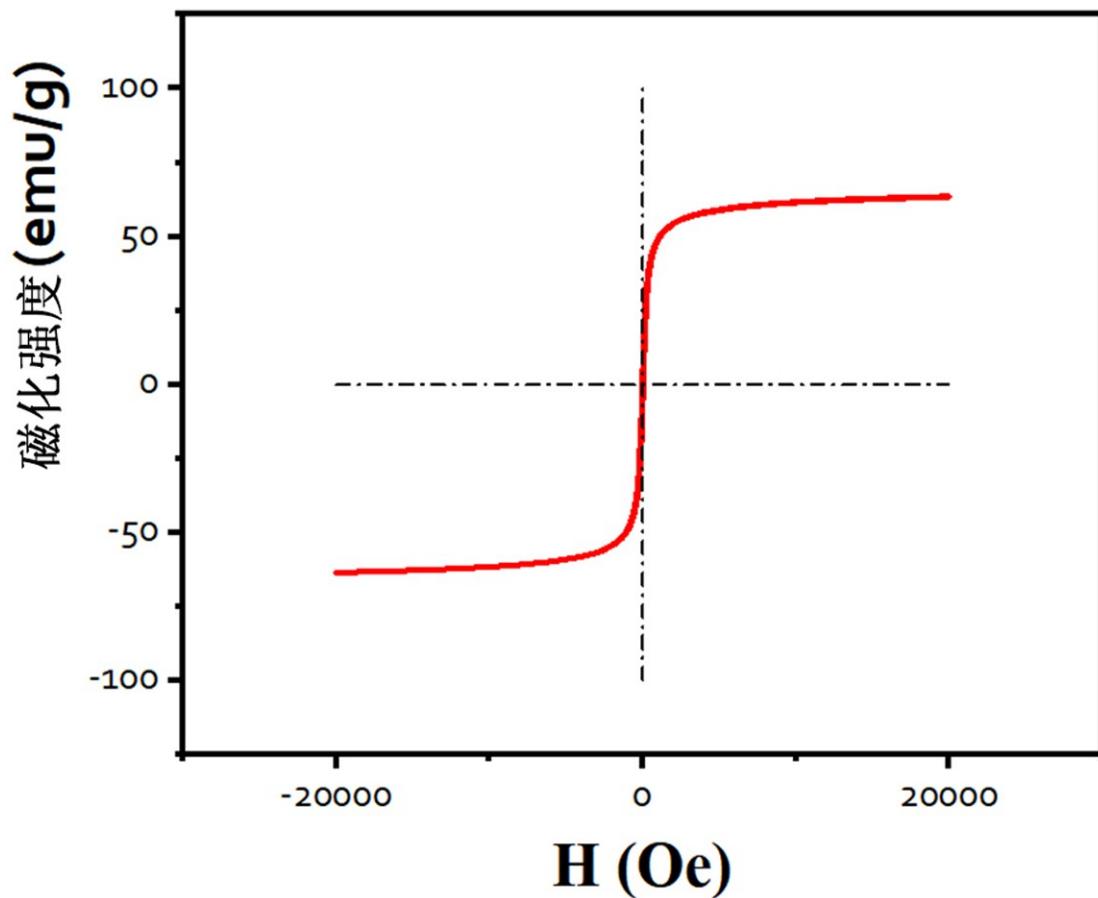


图4



图5



图6

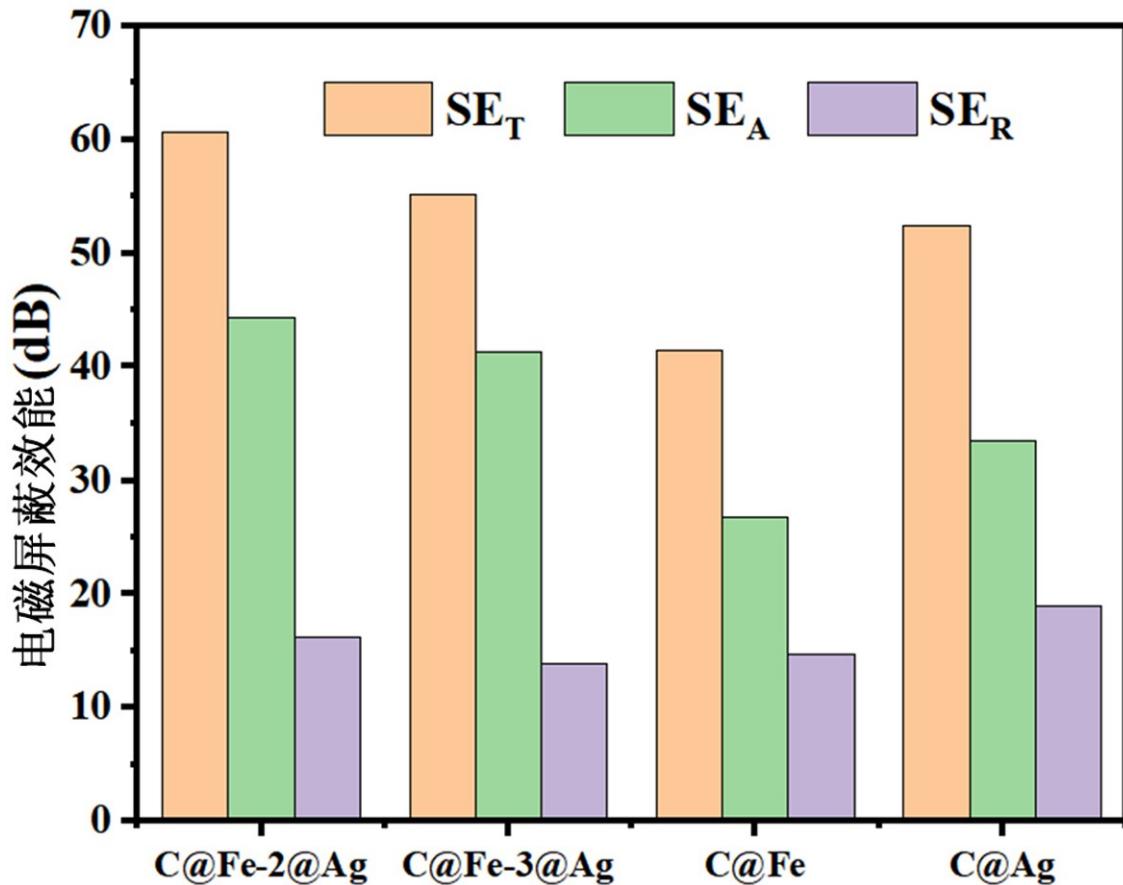


图7

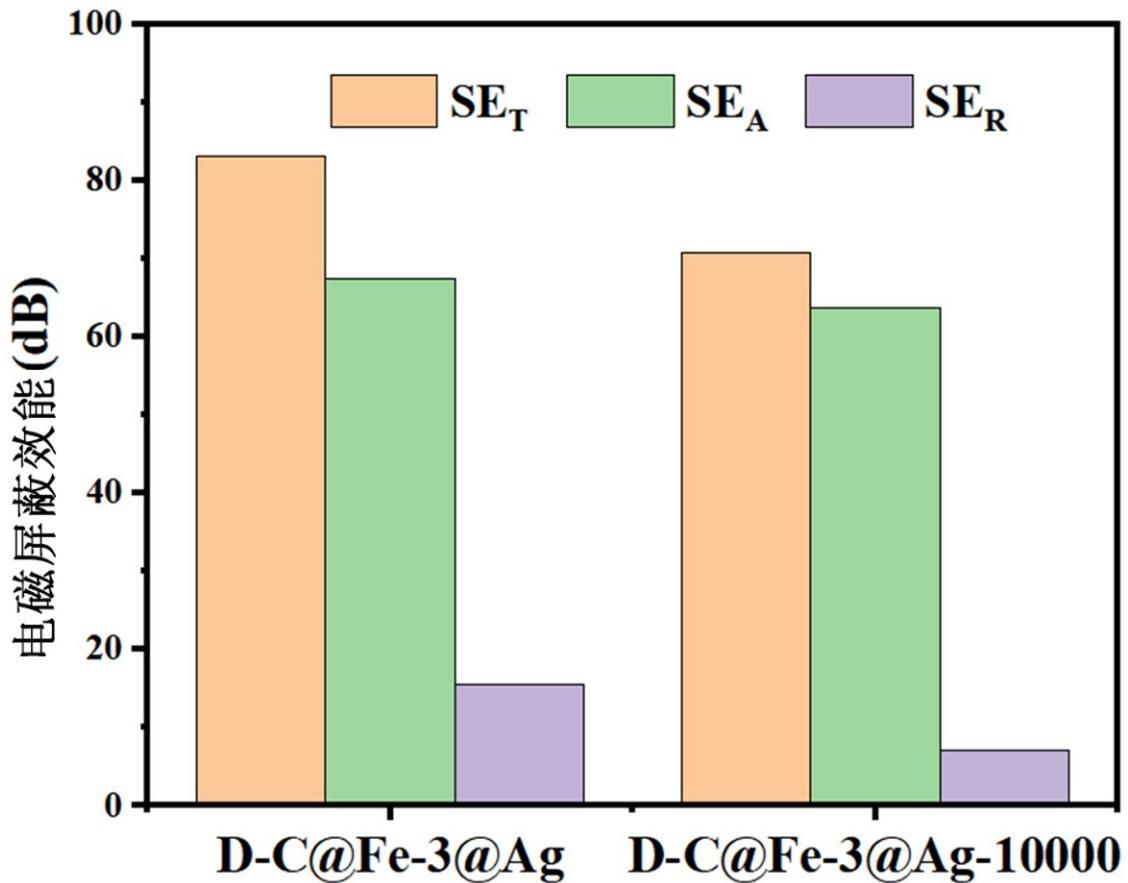


图8

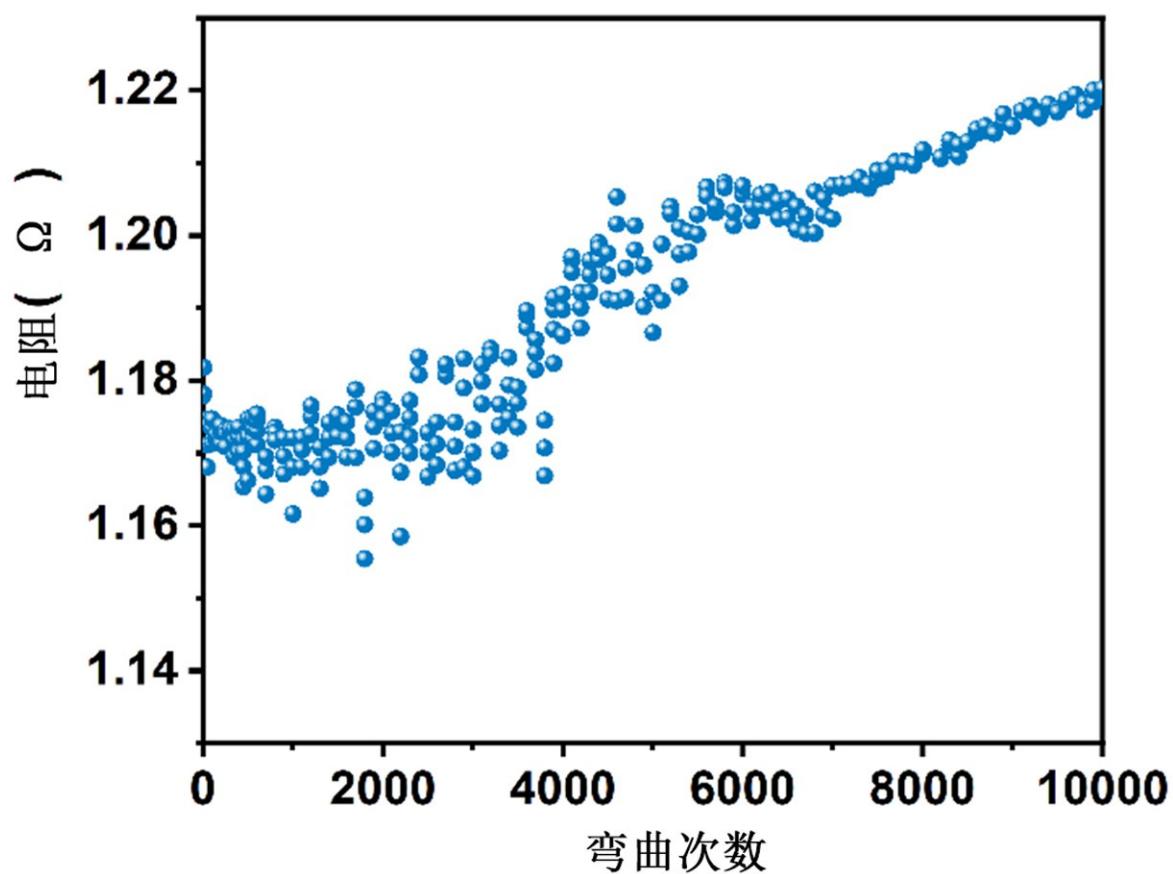


图9