

分类号: TQ321

学校代码: 10363

密 级: 公 开

学 号: 2210420118

题 目 聚乳酸微纳米纤维复合吸声材料的结构调控及性能研究

英文并列

题 目 Structural modulation and properties of polylactic micro- and nanofibrous composite acoustic absorbers

学生姓名: 孙少阳

指导老师: 邢剑（副教授）

校外导师: 鲁育豪

专 业: 材料与化工

研究方向: 先进纺织加工技术

论文答辩日期: 2024 年 5 月 24 日

安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：孙少阳

日期：2024年6月3日

安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 ___ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：孙少阳 指导教师签名：孙少阳

日期：2024年6月3日 日期：2024年6月3日

聚乳酸微纳米纤维复合吸声材料的结构调控及性能研究

摘要

噪音污染为世界四大污染之一，与人们生活关系密切，被广泛关注。一般常用吸声材料从源头解决这一污染问题，但目前常用的吸声材料多为石油基不可降解材料，因此制备新型环境友好型无污染复合吸声材料成为研究热点。

本论文基于聚乳酸(PLA)具有出色的机械性能、良好的抗拉强度及延展度、以及良好的相容性和可降解性，以 PLA 为原料，采用针刺工艺，静电纺丝技术，三维网络重构法和真空抽滤方法制备 PLA 针刺非织造材料、PLA 超细纤维膜/针刺非织造布复合吸声材料和 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料，构建了 PLA 复合材料微纳米孔梯度结构，并对复合吸声材料的微观结构、吸声性能进行测试分析，研究复合材料结构变化对吸声性能的影响，主要结论如下：

(1) 本文首先采用针刺工艺制备 PLA 非织造材料，测试分析后发现不同的材料面密度下，高面密度的材料中纤维间缠结紧密，结构紧凑，有效提升吸声性能；针刺深度影响钩刺带动的纤维数量和距离，随着针刺深度增大，纤维间相互缠结增强，产品强度高，但是过大的针刺深度会使纤维断裂增多，导致强度下降，纤维间缝隙增大，进而降低吸声性能。当材料面密度为 300 g/m^2 ，调控针刺道数为 8 道，针刺深度为 5mm，高频下 PLA 针刺非织造材料吸声系数最

高可达 0.56。

(2)基于上述研究,为进一步提升 PLA 纤维吸声材料的吸声性能,采用静电纺丝技术制备连续的 PLA 多孔超细纤维。研究发现,在室温环境下,调控环境湿度为 70 %RH、纺丝电压为 15 kV、纺丝速率为 1.0 mL/h、纤维膜收集距离 15 cm,在 CF:DMF 溶剂比为 8:2、PLA 含量为 12 wt.%时可制备 PLA 超细多孔纤维,与 PLA 针刺非织造材料复合后,其多孔形貌可有效提升复合材料吸声性能,在高频吸声系数最高可达 0.79。同时双层针刺非织造布与超细纤维膜复合在一定堆叠结构下可以达到三层针刺非织造材料的吸声性能,另外复合材料堆叠结构的变化,吸声系数峰值,赋予复合材料更多应用在不同实际场景的可能。

(3)基于气凝胶立体的三维多孔结构、高孔隙率与高比表面积,使其在吸声领域具有较大的结构优势。采用三维网络重构法,同时结合真空抽滤技术,制备 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料。测试分析发现,超细纤维固含量是影响复合材料吸声性能的主要因素,相同抽滤时间下,PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料吸声性能随超细纤维固含量的增加先增大后减小。PLA 纤维气凝胶/非织造材料复合吸声材料吸声系数在中高声频峰值均可达到 0.8 以上,最高可达到 0.98。

关键词: 聚乳酸纤维; 针刺非织造布; 复合吸声材料; 多孔结构; 吸声性能

STRUCTURAL MODULATION AND PROPERTIES OF POLYLACTIC ACID MICRO- AND NANOFIBROUS COMPOSITE ACOUSTIC ABSORBERS

ABSTRACT

Noise pollution is one of the four major pollutants in the world, which is closely related to people's life and has been widely concerned. Generally commonly used acoustic materials to solve this pollution problem from the source, but the commonly used acoustic materials are mostly petroleum-based non-degradable materials, so the preparation of new environmentally friendly non-polluting composite acoustic materials has become a research hotspot.

This thesis is based on poly(lactic acid) (PLA), which has excellent mechanical properties, good tensile strength and ductility, as well as good compatibility and degradability, PLA as a raw material, the use of needling process, electrostatic spinning technology, three-dimensional network reconstruction method and vacuum filtration method to prepare PLA needled nonwoven materials, PLA microfiber membrane/needled nonwoven acoustic composites and PLA fiber aerogel/needled nonwoven acoustic composites. Needled nonwoven acoustic composites, constructed PLA composites micro-nanopore gradient structure, and test and analyze the microstructure and acoustic performance of acoustic composites, to study the effect of structural changes of composites on the acoustic performance, the main conclusions are as follows:

(1) In this paper, PLA nonwoven materials are firstly prepared by needle-punching process, and after testing and analysis, it is found that under different material surface densities, the fibers in the materials with high surface densities are tightly entangled with each other, and the structure is compact, which effectively improves the acoustic absorption performance; the depth of the needling affects the number of fibers driven by the barb and the distance, and the fiber entanglement between the fibers enhances each other with the increase in the depth of the needling and the product strength is high, but the excessively large depth of the needling will make the fiber break more, resulting in a decrease in strength, and thus reduce the sound absorption coefficient. However, too large a needling depth will make the fiber fracture increase, leading to a decrease in strength, the gap between the fibers increases, which in turn reduces the acoustic performance. When the surface density of the material is 300 g/m^2 , the number of regulated needling channels is 8, the needling depth is 5 mm, the sound absorption coefficient of PLA needled nonwoven material can reach up to 0.56 at high frequencies.

(2) Based on the above study, in order to further enhance the acoustic performance of PLA fiber acoustic materials, continuous PLA porous ultrafine fibers were prepared by electrostatic spinning technology. It was found that PLA ultrafine porous fibers could be prepared at a solvent ratio of CF:DMF of 8:2 and a PLA content of 12 wt.% in a room temperature environment with a regulated ambient humidity of 70 % RH, a spinning voltage of 15 kV, a spinning rate of 1.0 mL/h, and a collection distance of the fiber membrane of 15 cm, and that the porous morphology of PLA fibers composited with the PLA needle-punched nonwoven material can effectively enhance the composites' After composite with PLA needle-punched nonwoven material, its porous morphology can effectively

improve the acoustic performance of the composite material, and the sound absorption coefficient is up to 0.79 at high frequencies. At the same time, the composite of double-layer needle-punched nonwoven fabric and microfiber membrane can reach the acoustic performance of the three-layer needle-punched nonwoven material under a certain stacking structure, and the other change of the stacking structure of the composite material affects the acoustic frequency of its acoustic sound absorption, which gives the composite material more possibilities to be applied to different practical scenes.

(3) Based on the three-dimensional porous structure, high porosity and high specific surface area of the aerogel stereo, it has a large structural advantage in the field of acoustic absorption. The three-dimensional network reconstruction method was used, along with vacuum filtration technology, to prepare PLA fiber aerogel/needle-punched nonwoven acoustic composites. It is found that the solid content of microfiber is the main factor affecting the acoustic performance of composites, and the acoustic performance of PLA fiber aerogel/needle-punched nonwoven acoustic composites increases and then decreases with the increase of the solid content of microfiber under the same filtration time. PLA fiber aerogel/non-woven acoustic composites acoustic absorption coefficient in the middle and high sound frequencies peak can reach more than 0.8, the highest can reach 0.98.

SUN Shaoyang(Material and Chemical)

Supervised by XING Jian

KEY WORDS: Polylactic acid fiber; Needle-punched nonwoven; Acoustic composite; Porous structure; Acoustic performance

目录

摘要	I
ABSTRACT	III
目录	VI
第 1 章 绪论	1
1.1 研究背景	1
1.2 吸声材料概述	1
1.2.1 吸声材料	1
1.2.2 共振吸声材料	2
1.2.3 多孔吸声材料	2
1.3 纤维吸声材料	3
1.3.1 二维纤维吸声材料	3
1.3.2 三维纤维吸声材料	5
1.4 聚乳酸纤维多孔吸声材料	6
1.4.1 聚乳酸概述	6
1.4.2 PLA 纤维吸声材料研究现状	7
1.5 课题研究意义及内容	7
1.5.1 课题研究意义	7
1.5.2 课题研究内容	8
1.5.3 课题创新之处	9
第 2 章 PLA 针刺非织造吸声材料的制备及性能研究	10
2.1 引言	10
2.2 实验部分	10
2.2.1 实验原料及实验仪器	10
2.2.2 样品的制备与性能测试	10
2.3 结果与讨论	12
2.3.1 针刺道数对吸声性能的影响	12
2.3.2 材料面密度对吸声性能的影响	14
2.3.3 针刺深度对吸声性能的影响	16
2.3.4 铺叠层数对吸声性能的影响	17

2.4 本章小结	18
第 3 章 PLA 超细纤维膜/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究	19
3.1 引言	19
3.2 实验部分	19
3.2.1 实验原料及实验仪器	19
3.2.2 样品的制备与性能测试	20
3.3 结果与讨论	21
3.3.1 聚合物溶液性质对纤维形态结构的影响	21
3.3.2 纺丝工艺参数对纤维形态结构的影响	25
3.3.4 PLA 超细纤维/针刺非织造布复合材料吸声性能	28
3.4 本章小结	30
第 4 章 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究	32
4.1 引言	32
4.2 实验部分	32
4.2.1 实验原料及实验仪器	32
4.2.2 样品的制备与性能测试	33
4.3 结果与讨论	35
4.3.1 制备工艺对复合材料形态结构的影响	35
4.3.2 PLA 纤维固含量对复合材料吸声性能影响	36
4.3.3 抽滤时间对复合材料吸声性能影响	39
4.4 本章小结	41
第 5 章 结论与展望	43
5.1 结论	43
5.2 展望	44
参考文献	45
攻读学位期间发表的论文目录	52
致谢	53

第 1 章 绪论

1.1 研究背景

保护环境是人们生活工作中一直绕不开的话题，面对环境污染，往往想到的是空气、水、土壤等方面，但是噪声污染作为一种看不见、摸不着的存在，其危害同样不可小觑。这种看不见的“健康杀手”会影响人们的身心健康，不仅会让人烦躁不安、失眠头晕，严重会引发神经衰弱、心脏疾病、耳鸣等，严重干扰了正常生活。

根据 《2023 年中国噪声污染防治报告》，2022 年全国地级及以上城市受理的噪声投诉举报案件约 450.3 万件，同比增加 49.3 万件，噪声扰民问题占全部生态环境污染举报的 59.9%，排各环境污染要素第 1 位。为应对这一污染问题，在噪声污染防治管理中严格噪声源头管理排在首位，因此，设计开发一系列吸声材料来扼制噪声源具有重要的现实意义。

1.2 吸声材料概述

1.2.1 吸声材料

吸声材料是指用于降低声音反射，改善声学环境，可以把声能转变为热能的材料^[1-3]。

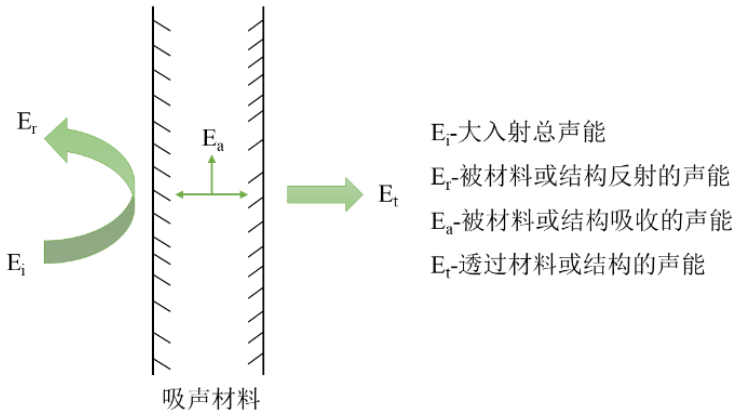


图 1-1 吸声材料示意图

Fig.1-1 Schematic diagram of sound-absorbing materials

吸声系数 α 是指材料吸收的声能与入射声能的比值。理论上如果某种材料

完全反射声音，那么它的 $\alpha=0$ ；如果某种材料将入射声能全部吸收，那么它的 $\alpha=1$ 。事实上，所有材料的 α 介于 0 和 1 之间，也就是不可能全部反射，也不可能全部吸收^[4]。

计算公式(1.1)为：

$$\alpha = E_a/E_i = ((E_i - E_r))/E_i = 1 - r \quad (1.1)$$

式中： r 为反射系数， $r = E_r/E_i$ 。

吸声材料可按吸声机理分为共振吸声材料和多孔吸声材料^[53]。

1.2.2 共振吸声材料

共振吸声往往应用于中低频噪声的吸收，其原理主要为声波穿过吸声体时产生振动，通过振动将声能转化为内部摩擦的热能消耗^[5]。

共振吸声材料按照结构不同分为不同种类：

单个共振器，主要结构为密闭的空腔和较小的开口孔隙，内部空气受外力激荡后按一定频率振动，开口处空气分子在声波作用下类活塞运动方式摩擦进而消耗声能；

薄板振动吸声结构，通常将常用的胶合板、薄木板、石膏板或金属板等固定在墙体上，背后留有空气层，声波作用下薄板结构振动，同时薄板内部与墙体间出现摩擦损耗，声能转变为机械振动，其共振频率约在 80~300 Hz 之间；

穿孔板组合共振吸声结构，这种吸声结构与单个共振器结构相似，可看作为多个单独共振器并联制成，将穿孔的铝合板、薄钢板和硬质纤维板等固定在墙体或龙骨上，背后留有空气层，这种结构适合中频吸声；

柔性吸声结构，采用具有密闭气孔和一定弹性的材料，如闭孔型泡沫塑料，表面为多孔材料内部有密闭气孔，声波引起的振动不能传递至材料内部，振动过程中通过克服材料内部摩擦消耗声能^[6-7]。

1.2.3 多孔吸声材料

目前市面上应用最广泛的吸声结构为多孔吸声结构，多孔吸声材料因其具有大量的孔隙，且孔孔相连，可以有效的利用独特的结构吸收声能^[1,8]。

多孔吸声材料主要分为发泡材料和纤维材料两大类^[9]。泡沫塑料吸声材料主要以树脂为基材，目前应用广泛的多为聚氨酯泡沫吸声材料，但其强度较低，使用具有局限性^[10]。无机泡沫吸声材料主要集中与泡沫玻璃和泡沫金属，泡沫

玻璃主要以富含玻璃相的物质为主要原料，其主要特点为质轻、耐腐蚀、无毒、物理化学性能稳定，广泛应用于多种领域，但其制备工艺繁琐，需经过预热、烧结、发泡、冷却和退火等工艺，生产成本较高；泡沫金属主要研究泡沫铝及其合金，经发泡处理后其具有多孔材料的孔隙结构同时也具有金属的强度、刚度等特性，然而发泡后泡沫金属内部气孔均匀不一，久用后性能不稳定，且价格昂贵^[11-12]。

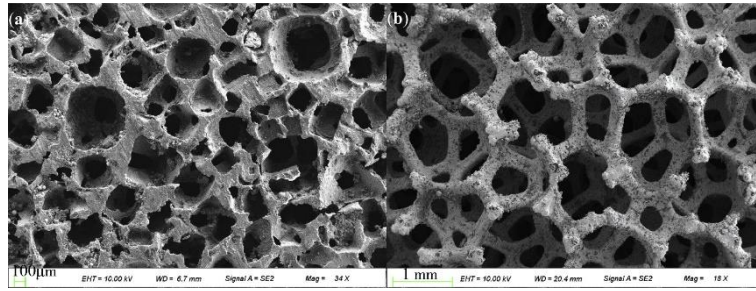


图 1-2 泡沫金属测 SEM 形貌图：(a)泡沫铝；(b)泡沫镍^[12]

Fig.1-2 SEM images of foam metal :(a) aluminum foam; (b) nickel foam

纤维多孔吸声材料作为目前吸声领域研究的热点，可以同时吸收、反射和传输入射声波，材料内部存在大量的微孔与缝隙，声波传递过程中通过纤维与空气的摩擦与纤维自身的振动消耗声能^[13]。根据其成分，声学纤维材料可分为天然纤维、合成纤维和金属纤维，其中天然纤维和合成纤维因其价格低廉和高频吸声性能优越而被广泛使用。天然纤维即自然界中天然的纤维材料，如棉花、苧麻、羊毛、蚕丝等，具有良好的吸湿性、透气性、延展性^[14]。谭启飞等^[15]采用针刺加工制备了湖羊毛非织造阻燃吸声材料，湖羊毛具有多孔结构的髓质层，研究表明在材料厚度大于 3.5 mm，面密度大于 350 g/m²时，高频率吸声系数大于 0.5，属于高效吸声材料。合成纤维相较于天然纤维，其耐久性、抗皱性、染色性更好，同时合成纤维强度高、耐磨损、耐腐蚀，常用的合成纤维有涤纶、锦纶等^[16]。臧传锋等^[17]制备了 12 种细度梯度的涤纶纤维非织造吸声材料，对针刺加固工艺、纤维细度、针刺密度和材料厚度对吸声性能的影响进行研究分析，结构显示 12 种涤纶非织造吸声材料吸声性能均良好。

1.3 纤维吸声材料

1.3.1 二维纤维吸声材料

二维纤维吸声材料特指纤维膜类复合吸声材料，多孔吸声材料在低频和中频的吸声性能较差，限制了其应用^[18-19]。然而单一材料吸声性能提升有限，为

了拓宽多孔吸声材料的应用范围，将其与静电纺超细纤维相结合，通过扩大材料与声波的接触面积来提高吸声性能，增强材料的耐水性、耐高温性和机械强度等性能。此外，轻质超细纤维膜的添加基本不会增加吸声材料的重量和尺寸。

在静电纺丝过程中，纺丝液被喷射成微小液滴，通过静电场的作用，在空气中拉伸成纤维，落在接收装置上纤维逐渐凝固并被收集。静电纺丝是一项操作简单、生产过程快速且高效的制备超细纤维的方法，使用静电纺丝制备的超细纤维具有如下特点：直径分布窄，直径分布过宽对纤维膜的整体性质不利；通过改变纺丝液浓度、溶剂比例或纺丝工艺参数，纤维表面形态良好且可控；纤维具有连续性，运动过程中不会发生断裂现象。影响静电纺丝的参数众多，如注射速度、接收距离、环境温湿度、电场强度等，这使得确定最优工艺参数在静电纺丝中尤为重要。

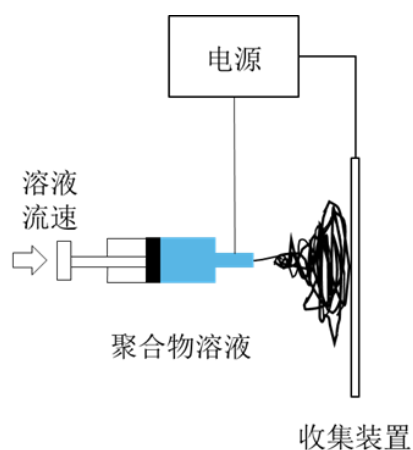


图 1-3 静电纺丝示意图

Fig.1-3 Schematic diagram of electrostatic spinning

静电纺丝技术因其生产设备较为简单、工艺可控且原材料选择丰富、成本低廉，成为了生产超细纤维材料最为普遍的方法^[20]。同时，使用静电纺丝法制备超细纤维，为改变超细纤维材料的物理结构提供了更多的可能性，如改变纤维的直径和形貌^[21]。纤维直径的改变，往往会使得多孔材料的孔隙率、孔径尺寸等一系列相关的物理结构和吸声性能也随之发生变化。

马胜男等^[22]通过复合静电纺丝纳米纤维膜和非织造材料的方式，提升了材料的吸声性能。在聚丙烯(PP)纺粘非织造材料上叠加了静电纺丝聚丙烯腈(PAN)纤维膜，材料在 800~6400 Hz 范围内的吸声系数都有显著提高。为了应对吸声低频差，高冰等^[23]对由聚乙烯醇(PVA)静电纺丝纳米纤维膜与涤纶针刺非织造

材料形成的复合材料进行了抗水溶处理,改变了复合材料的纤维直径,使得复合材料的吸声曲线向中低频处移动,其中,纤维直径为 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 的复合材料,吸声系数增长的声波频率区间最大,为 $500\sim 2240\text{ Hz}$ 。除了纤维膜与无纺布的结合方式外,Elkasaby 等^[24]将两个静电纺丝纳米纤维复合垫进行组合,并在其中置留出了不同厚度的空气层结构,分别制得 12%聚氯乙烯-5%碳纳米管(PVC12%-CNT5%)和 9%聚乙烯醇-5%碳纳米管(PVC12%-CNT5%)层状复合材料,发现 PVC12%-CNT5%层状复合材料在其空气层厚度为 5 mm 时,于声波频率为 500 Hz 和 1000 Hz 处吸声系数分别呈现出 46%和 10%的增长;PVC9%-CNT5%层状复合材料,在其空气层厚度从 0 mm 增加至 5 mm 的过程中,分别在声波频率为 630 Hz 和 1000 Hz 处观测到了吸声系数 50%和 60%的显著增长。

1.3.2 三维纤维吸声材料

在繁多的多孔材料中,气凝胶主要是介孔的、开孔的固体,内部孔隙率大,密度低,是吸声材料领域热门研究方向^[25-27]。其微观结构比纳米颗粒或纤维膜更复杂,这主要是由于气凝胶特殊的性能,例如高表面积,高介孔性和超低导热性^[28-31]。

气凝胶的开孔结构有利于增加声波在声能传递过程中与物质之间的摩擦和碰撞,赋予气凝胶良好的吸声性能。张俊等^[32]通过冷冻干燥法和后离子交联法制备了一种轻质多孔海藻酸钠/蒙脱土(SA/MMT)气凝胶,结果表明:冷冻干燥法制备的气凝胶具有多孔结构,随着气凝胶厚度增加,海藻酸钠/蒙脱土气凝胶吸声效果增强,且当 SA:MMT=3:7 时,气凝胶吸声效果最好。唐桂江等^[33]利用绿色溶剂 NaOH/尿素水溶液溶解微晶纤维素,引入交联剂环氧氯丙烷,通过溶胶-凝胶法将 PVA 均匀分散在纤维素溶液中。最后,通过冷冻干燥法,制得复合纤维素气凝胶。研究了 PVA 的含量对纤维素气凝胶骨架密度、孔隙率间的关系,分析了 PVA 含量及厚度对样品吸声性能的影响。结果表明,随着 PVA 的加入增多,样品内部孔强度得以提升;当纤维素与 PVA 比为 3:2 时,吸声系数最高可达到 0.95 以上;随着样品厚度的增加,样品吸声系数最高峰向较低频移动,2000 Hz 后的吸声系数略有下降,但平均吸声系数仍在 0.6 以上。

而传统纤维素气凝胶(CA)中存在孔隙结构分布不规则和共存的问题,对材料吸声性能有一定的影响,Lou 等^[34]以溶解棉短纤维为主要材料,得到纤维素

水凝胶，对纤维素水凝胶进行定向冷冻处理，成功制备具有规则分布和轴向开放多孔结构的 CA，提高了吸声性能，在 4500 Hz 时的吸声系数达到 0.88。且制备的 CA 具有低密度($0.0554 \text{ g}\cdot\text{cm}^3$)、高孔隙率(89.32%)和良好的热稳定性。

目前多孔吸声材料原料主要为石油基材料，而随着不可再生能源的日益减少，生物基可降解材料的应用受到广泛关注^[35]。

1.4 聚乳酸纤维多孔吸声材料

1.4.1 聚乳酸概述

聚乳酸是一种新型的生物降解材料，使用可再生的植物资源(如玉米)所提出的淀粉原料制成^[36-38]。由于不采用石油或木材，这对于有限的石油和木材资源将起到保护作用。将淀粉原料糖化得到葡萄糖，再将葡萄糖和一定的菌种发酵制成高纯度乳酸，然后通过化学合成法合成一定分子量的聚乳酸^[2]。聚乳酸的原料是乳酸，即-羟基丙酸、2-羟基丙酸。

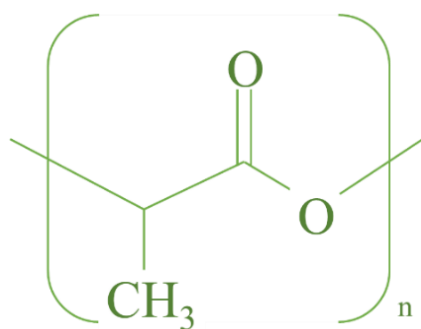


图 1-4 聚乳酸分子式

Fig.1-4 Polylactic acid molecular formula

PLA 具有出色的物理性能、生物相容性和良好的生物可降解性，使用后能被自然界中微生物完全降解，生成二氧化碳和水，不污染环境的同时可以起到保护环境的作用，是公认的环境友好材料^[39-45]。并且具有良好的可加工型，大大提升实际应用可能^[46]。由于石油化工与聚合工业的快速发展，石油基聚合物被应用与日常生活中的各个领域，但石油基塑料的处理方法依然是焚烧火化，造成大量温室气体排入空气中，而聚乳酸塑料则是掩埋在土壤里降解，产生的二氧化碳直接进入土壤有机质或被植物吸收，在绿色环保研究方向具有重大研究和应用意义^[47]。

1.4.2 PLA 纤维吸声材料研究现状

PLA 纤维是一种新型生物降解性合成纤维，与聚酯纤维具有相似的物理特性，具有高结晶性与透明性；并且由于它的高结晶性和高取向度，聚乳酸纤维具有高耐热性和高强度^[48-50]。同时 PLA 纤维的分子结构使其具有良好的透气性和吸湿性，使其成为制作衣物和各种纺织品的理想材料。Desmond 等^[51]利用 PLA 为基体，以椰子纤维为原料，制备生物复合微孔板试样，研究发现不同椰子纤维和聚乳酸组成比例的生物复合微穿孔板内部存在孔隙和曲折结构，微观结构的区别导致了材料吸声性能不同。Mehtap 等^[52]利用稻草纤维制成的非织造布作为增强材料和颗粒形式的 PLA 用于热压工艺,制备新的单层和双层生物复合材料，研究发现双层复合材料的吸声系数最高,接近 0.99,而单层材料的吸声系数约为 0.34。目前在吸声领域研究中 PLA 多作为增强材料加入复合材料中提高物理性能，PLA 纤维吸声材料研究较少。

随着环保意识的日益增强和可持续发展需求的不断提高，可生物降解的合成纤维市场将持续增长。预计未来几年内，PLA 纤维的生产技术将不断改进，成本将进一步降低，应用领域也将不断扩大。此外，随着科研人员对 PLA 纤维性能的深入研究和优化，相信 PLA 纤维在未来会展现出更出色的性能表现，以满足不断增长的市场需求。

1.5 课题研究意义及内容

1.5.1 课题研究意义

噪声污染已成为仅次于空气和水污染的第三大污染^[53]。噪声对人们的神经系统会产生有害的影响,例如困乏、疲倦、记忆力减退等^[54]。为应对噪音污染对生活质量的影响，禁止鸣笛或控制施工时间等控制噪声源的方法外，最实用有效的办法是设计开发和积极使用吸声材料，改善周围声学环境，改变噪声的传播途径。同时要积极响应绿色环保可回收等相关政策，使用环保型材料，做到真正的绿色无污染。

非织造布是由纤维定向或随机排列形成的纤维网结构的布状材料，纤维与纤维间存在相互连通的孔隙，这种三维网状内部结构属于典型的多孔隙纤维网织物^[55]。非织造布的多孔性、柔软性、弹性等使之非常适合作为吸声材料。并且，非织造布生产工艺流程短、种类多，且成本低、性能优越，是易获得且功

能性好的增强材料^[56]。复合吸声材料的基材和增强材料的选择范围极广，具有广泛的开发应用前景。

聚乳酸作为新型的生物降解材料，具有良好的生物可降解性，使用后能被自然界中微生物完全降解，在实际研究应用中，聚乳酸通常应用在生物医疗领域，在吸声材料方面应用较少^[57-58]。目前，静电纺丝是制备连续型超细纤维的首选方法，控制纺丝时工艺参数，可稳定制备直径均匀且连续的超细纤维^[59-60]。制备好的超细纤维经过均质打碎、冷冻干燥处理后即可得到聚乳酸多孔气凝胶^[61]。二者相较于传统吸声材料有着质量轻，比表面积大等优点，在用量更少、厚度更薄的情况下达到预期的效果。

传统车用吸声材料常采用化纤等材料堆叠达到吸声的目的，实际使用中可利用纤维膜和气凝胶质轻，比表面积大的优点，有效的吸收声能，可与聚乳酸非织造布制备复合吸声材料，减少基材的堆叠层数，满足吸声材料轻薄的要求，还可以解决废弃吸声材料的回收利用难题，具有重大的环保和社会意义。

1.5.2 课题研究内容

本课题研究主要分为三个方面，如下：

(1) PLA 针刺非织造吸声材料的制备及性能研究

针刺的工艺参数主要包括针刺密度、针刺深度及步进量。为考虑吸声性能，仍需注意针刺样品厚度，通过改变各工艺参数制备 PLA 针刺无纺布。通过光学显微镜观察纤维情况，并测试物理及吸声性能得出最佳针刺工艺。

(2) PLA 多孔超细纤维膜/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究

采用静电纺丝技术制备 PLA 超细纤维膜，调控不同纺丝工艺参数如纺丝电压、环境湿度、针头到接收装置的距离和溶液流量等对 PLA 超细纤维膜结构与形貌的影响，分析造成纤维形态差异的内在和外因因素及其中机理。

通过将 PLA 纤维膜覆在 PLA 针刺布上，改变正反面方向测试单层复合材料的吸声性能，然后交替叠层 PLA 针刺布与 PLA 纤维膜测试分析多层复合材料结构对吸声性能的影响。

(3) PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究

基于上述 PLA 超细纤维膜的研究，采用三维网络重构法，同时结合真空抽滤技术，制备 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料。通过改变 PLA 纤

维固含量和抽滤时间测试分析复合材料内部结构对吸声性能的影响。

1.5.3 课题创新之处

(1)材料构建创新。本项目中所制备的聚乳酸纤维膜、针刺非织造布及气凝胶拥有孔径大小不一的孔洞，用以应对不同频率的声波。同时以聚乳酸为原料得到的成品，具有良好的生物可吸收性和生物相容性，以及抑菌性、阻燃性、可降解性以及降低成本。本课题提出的多层复合结构吸声材料的构建，实用性强，实现了绿色环保吸声材料的构建制备，具有较高的学术研究价值和社会价值。

(2)作用机制创新。传统的吸声材料主要对高频声波进行吸收，本课题所制备的聚乳酸微纳米级吸声复合材料中，包括针刺布缝隙中的孔、静电纺多孔聚乳酸纳米纤维，以及纤维膜和气凝胶中纤维与纤维中的孔，构建出三维立体的微纳米级多孔吸声材料，可应对不同频率声波，实现全频率的吸声效果，为非织造材料中吸声复合材料的构建制备提供了新思路。

第 2 章 PLA 针刺非织造吸声材料的制备及性能研究

2.1 引言

由针刺工艺制成的纤维多孔吸声材料具有宽带吸声、结构设计灵活、安装更换方便等优点，被广泛应用于建筑和交通领域的噪声消除^[62-63]。目前多孔吸声材料原料主要为石油基材料，而随着可再生能源的日益减少，生物基可降解材料的应用受到广泛关注^[35]。

聚乳酸是一种性能良好、用途广泛的生物可降解材料，因此，本章以 PLA 纤维为原料将其开松梳理，采用针刺非织造工艺制备 PLA 非织造材料，并观察其微观结构和测试吸声性能，探究针刺非织造工艺及材料厚度对 PLA 非织造材料吸声系数的影响，为非织造吸声材料的制备提供一定的理论参考。

2.2 实验部分

2.2.1 实验原料及实验仪器

表 2-1 实验原料及实验仪器

Tab 2-1 Experimental raw materials and experimental instruments

原料(仪器)名称	规格(型号)	生产厂家
PLA 纤维	长度 38 mm，线密度 2.0dtex	安徽同光邦飞生物科技有限公司
电子天平	WTB5003	杭州万特衡器有限公司监制；
高清 CCD 测量显微镜	GP-300C	昆山高品精密仪器有限公司
噪声振动测试系统	VA-Lab 型	中科新悦(苏州)科技有限公司
开松机	/	青岛华瑞经合机械有限公司
小型梳理机	FN288	青岛源泉纺织机械有限公司
小型针刺实验机	ZSZC01-220	扬州市至上机械有限公司

2.2.2 样品的制备与性能测试

(1) PLA 针刺非织造材料的制备

称重 PLA 纤维后进行三次开松梳理，铺网后针刺加固。针刺机植针密度 9600 枚/m，针刺频率 52 刺/min，纤网输出速度 0.2 m/min，针刺密度 249.6 刺/cm³。以不同的纤维喂入量、针刺道数和针刺深度制备 PLA 针刺非织造材料。

其中，面密度 60 g/m^2 ，针刺道数 2 道、针刺深度 5 mm 记为 PLA₆₀₋₂₋₅，以此类推。

(2) 针刺非织造材料形貌表征

将 PLA 针刺非织造材料裁剪为大小 $20 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ 的式样，采用高清 CCD 测量显微镜(GP-300C，昆山高品精密仪器有限公司)，观察材料截面纤维缠结情况。

(3) 针刺非织造材料面密度和厚度测试

按照 GB/T 24218.1—2009^[64]测定针刺材料的面密度。将针刺材料剪裁 5 块大小为 $160 \text{ mm} \times 320 \text{ mm}$ 的试样，依次测试其面密度，求其平均值。

按照 GB/T 24218.2—2009^[65]测定 PLA 针刺非织造材料厚度，试样规格为半径为 1.5 cm 的圆，每种结构测试 5 块，计算平均值。

(4) 针刺非织造材料孔隙率计算

制备规格半径 1.5 cm 的圆形状样品三块，根据孔隙率计算公式求其平均值。孔隙率 P 的计算公式：

$$P(\%) = (1 - \rho_1/\rho_P) \times 100\% \quad (2.1)$$

式中：P(%)PLA 针刺非织造材料孔隙率； ρ_1 为 PLA 针刺非织造材料体积密度，单位为 g/cm^3 ； ρ_P 为 PLA 针刺非织造材料骨架密度，且 $\rho_P=1.25 \text{ g/cm}^3$ 。

(5) 平均吸声性能测试

将针刺非织造材料分别制备成规格半径为 5 cm 和 1.5 cm 的圆形状样品，通过噪声振动测试系统(VA-Lab，中科新悦科技有限公司)。对复合材料的吸声性能进行测试，其中半径为 1.5 cm 规格的样品测试频率为 1600~6300 Hz，半径为 5 cm 规格的样品测试频率为 63~1600 Hz，每种规格的样品分别测试 3 块，计算平均数。

不同频率的吸声系数一般各不相同，根据吸声系数测量规范规定 1/3 倍频程是从 100~5000 Hz，共 18 个频带，测试统计各频带下吸声系数并计算总体平均值可以得到吸声材料的平均吸声系数。平均吸声系数可以反应吸声材料整体的吸声性能，将各个频带下的吸声系数记为 α_1 、 α_2 、 $\cdots$ 、 α_n ，则平均吸声系数为^[86]：

$$\bar{\alpha} = (\alpha_1 + \alpha_2 + \cdots + \alpha_n)/n \quad (2.2)$$

2.3 结果与讨论

2.3.1 针刺道数对吸声性能的影响

在针刺深度为 5 mm 下，调控针刺道数和 PLA 纤维喂入量制备了不同面密度和孔隙率的非织造材料，探究针刺道数对非织造材料结构和吸声性能的影响。

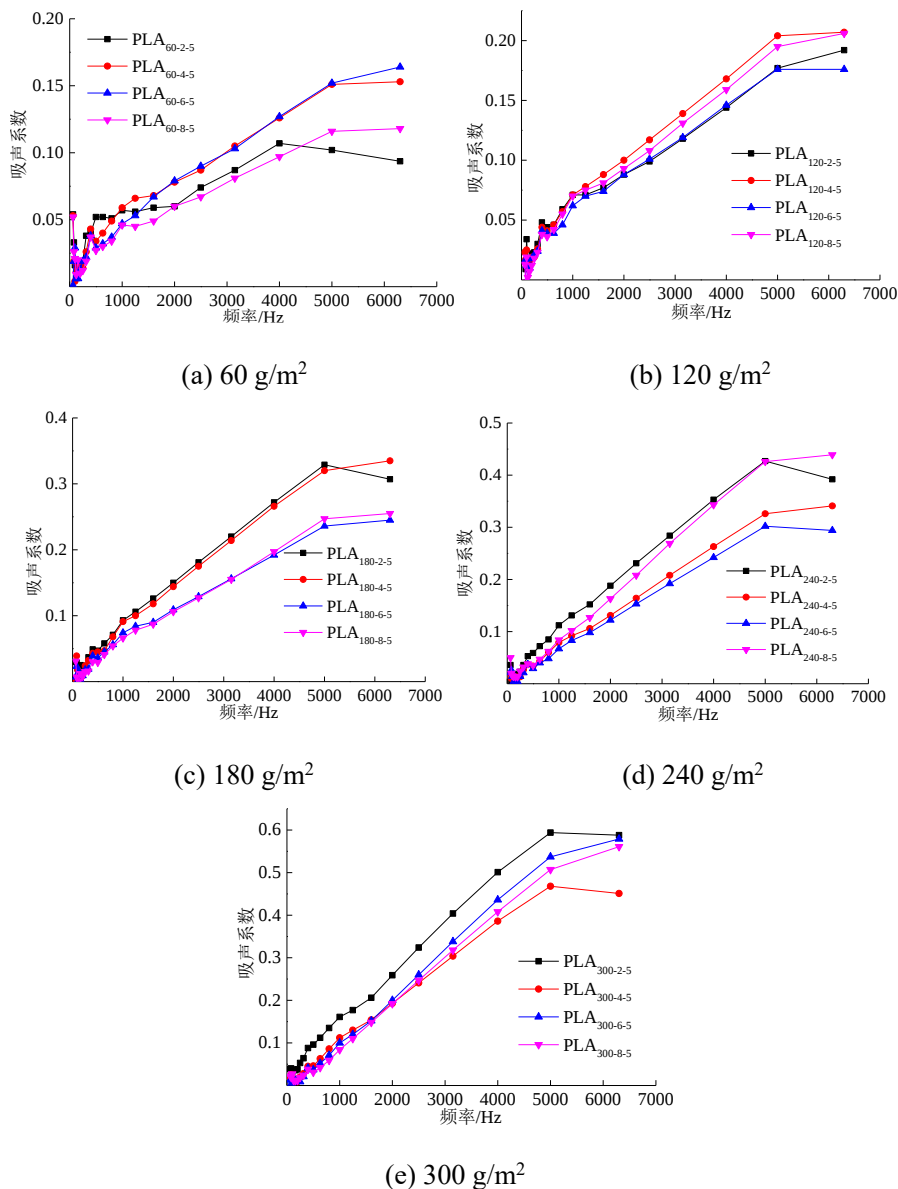


图 2-1 各面密度 PLA 针刺非织造材料不同针刺道数吸声性能对比

Fig.2-1 Comparison of sound absorption performance of PLA needle-punched nonwovens with different surface density

由图 2-1 可知，60 g/m²下 2 道针刺道数在 4000 Hz 时吸声系数最高达到 0.11，随着针刺道数的增加至 4 道、6 道，最高吸声系数对应声频提高至 5000 Hz 以上，均在 0.15 以上，继续增加针刺道数，8 道针刺道数时吸声系数降低为 0.12；其

余面密度下随着针刺道数的增加, PLA 针刺非织造材料在高频下出现吸收峰, 同频率下材料吸声系数先减小后增大, 而表 2-2 中可以发现随着针刺道数的增加, 相同面密度下的针刺非织造材料的孔隙率在不断减小。纤网在相同植针密度、输出速度和针刺频率的针刺机上针刺加固, 随着针刺道数的增加, 刺针多次作用于纤网上, PLA 纤维间摩擦缠结, 同时刺针带着表层纤维进入非织造材料内部, 纤维间纠缠紧密, 导致材料厚度减少, 吸声性能随之降低。

表 2-2 PLA 针刺非织造材料的结构特征与吸声系数

Tab.2-2 Structural characteristics and sound absorption coefficients of PLA needled nonwoven materials

PLA 针刺非织造材料	面密度/ $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$	厚度/mm	孔隙率/%	平均吸声系数
PLA ₆₀₋₂₋₅	60	4.8	98.93	0.05
PLA ₆₀₋₄₋₅		4.3	98.39	0.06
PLA ₆₀₋₆₋₅		3.8	98.28	0.05
PLA ₆₀₋₈₋₅		2.8	98.40	0.04
PLA ₁₂₀₋₂₋₅	120	6.6	98.83	0.07
PLA ₁₂₀₋₄₋₅		6.1	98.53	0.07
PLA ₁₂₀₋₆₋₅		5.1	98.48	0.06
PLA ₁₂₀₋₈₋₅		4.8	98.22	0.07
PLA ₁₈₀₋₂₋₅	180	8.4	98.11	0.10
PLA ₁₈₀₋₄₋₅		7.6	97.91	0.10
PLA ₁₈₀₋₆₋₅		6.3	98.06	0.07
PLA ₁₈₀₋₈₋₅		5.6	97.74	0.07
PLA ₂₄₀₋₂₋₅	240	9.6	98.09	0.13
PLA ₂₄₀₋₄₋₅		5.3	96.46	0.09
PLA ₂₄₀₋₆₋₅		4.8	96.18	0.08
PLA ₂₄₀₋₈₋₅		5.6	95.56	0.11
PLA ₃₀₀₋₂₋₅	300	10.4	97.26	0.18
PLA ₃₀₀₋₄₋₅		8.9	97.25	0.13
PLA ₃₀₀₋₆₋₅		6.9	95.86	0.13
PLA ₃₀₀₋₈₋₅		5.5	95.08	0.13

随着针刺道数的继续增加,纤维之间的纠缠抱合紧密,非织造材料密度变大,单位面积内的纤维根数增多,纤维之间的空隙减少,孔隙率降低,而声波传递过程中与单位面积内逐渐增多的纤维摩擦更加频繁,声能更加容易转化为热能被消耗,吸声性能开始提升;同时,纤维间空隙的减小导致非织造材料的厚度变化逐渐减小,部分紧密纠缠的纤维因多次的针刺对纤网表层和内部的纤维造成破坏而回弹^[66],材料厚度随着针刺道数的增加先减小后趋于稳定,从而吸声性能不再因厚度变化受到影响。因此针刺非织造材料各频率下的吸声性能随着针刺道数的增加先减小后增大

2.3.2 材料面密度对吸声性能的影响

在针刺道数为 8 道和针刺深度为 5 mm 下,探究了材料面密度对非织造材料的吸声性能的影响。如表 2-2 所示,制备了五种面密度不同的针刺非织造材料,分别为 PLA₆₀₋₈₋₅、PLA₁₂₀₋₈₋₅、PLA₁₈₀₋₈₋₅、PLA₂₄₀₋₈₋₅ 和 PLA₃₀₀₋₈₋₅。

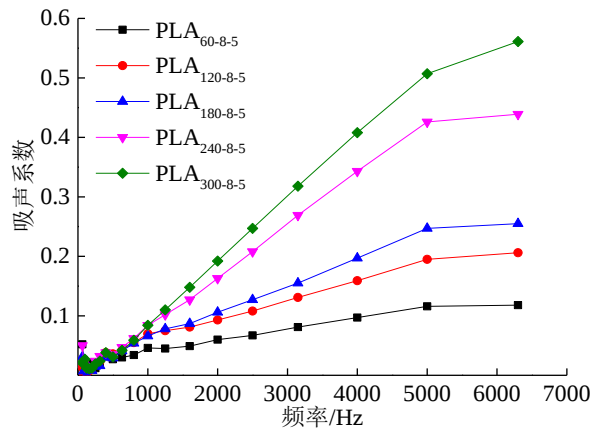


图 2-2 不同面密度下 PLA 针刺非织造材料吸声系数

Fig.2-2 Comparison of sound absorption coefficients of PLA needle-punched nonwoven materials under different areal densities.

图 2-2 中可知,随着面密度的增大,材料各频率下吸声系数也随之增大,同时吸声系数与面密度整体上呈正相关。面密度的增大体现在其内部纤维缠结紧密,如图 2-3(a-e)所示,单位体积内的纤维数量增多,材料结构随着面密度的增大从疏松到紧密,这使声波在材料中传递时空气与纤维壁摩擦碰撞更为频繁,声能转化为热能被消耗,有利于吸声性能的提升^[67]。

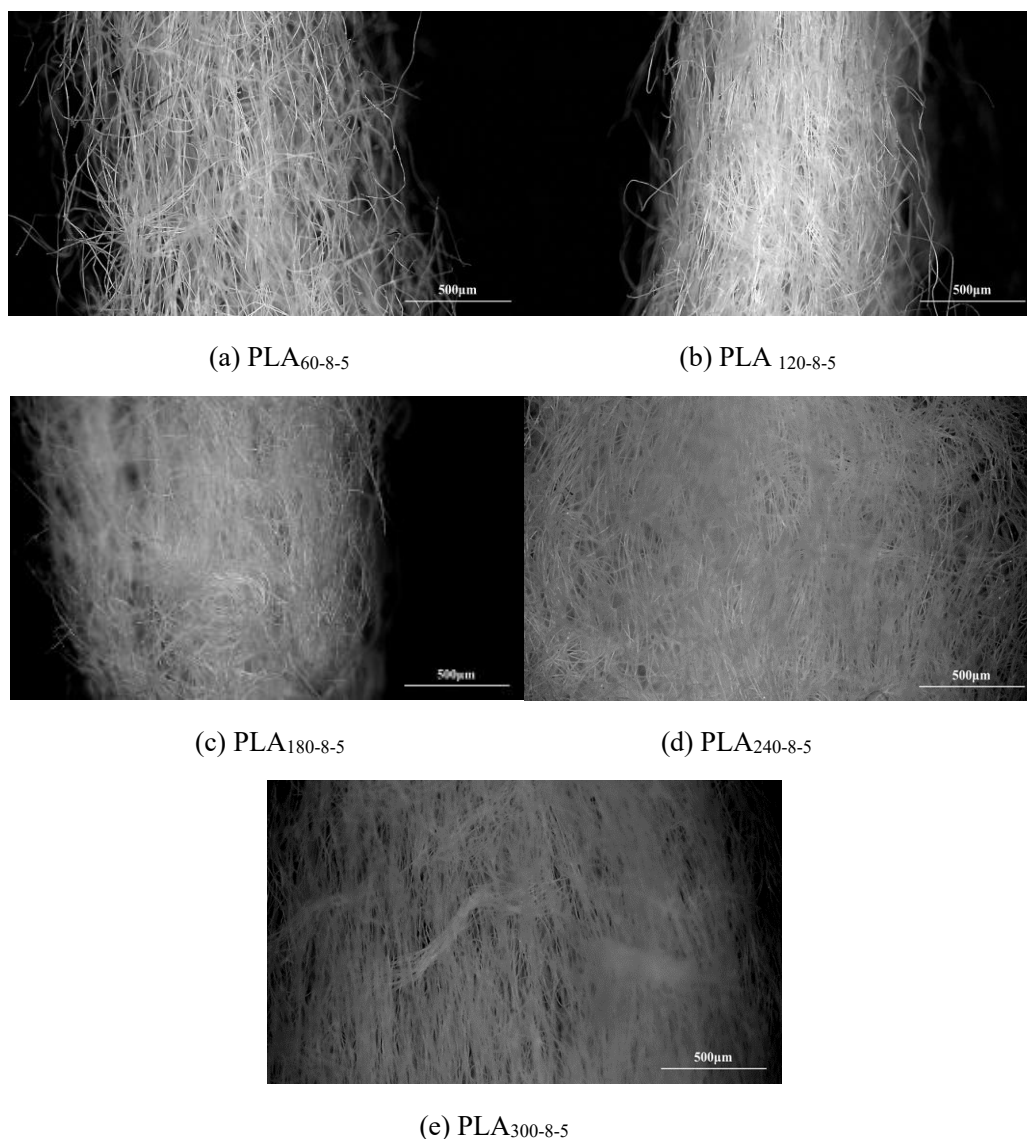


图 2-3 针刺非织造材料截面光学显微镜图

Fig.2-3 The optical microscope observation diagram of the cross section of the needle-punched nonwoven material

表 2-2 中可知，随着面密度增大，针刺非织造材料厚度增大并趋于稳定，孔隙率不断减小，并且随着孔隙率变化幅度的大小，材料吸声系数也随之改变。从低面密度向上增加时，如 60 g/m^2 增至 180 g/m^2 过程中，材料孔隙率下降幅度较小，此时吸声系数涨幅一定， 180 g/m^2 增至 240 g/m^2 时，材料孔隙率下降 2.18%，6300 Hz 时吸声系数从 0.26 增长到 0.44，而从 240 g/m^2 增至 300 g/m^2 ，孔隙率与吸声系数变化均变小。因此，随着面密度的增大，材料厚度增加，吸声系数逐渐增大，此时孔隙率的改变，影响着吸声系数的变化幅度。

2.3.3 针刺深度对吸声性能的影响

表 2-3 不同针刺深度下 PLA 针刺非织造材料的结构特征及吸声系数

Tab.2-3 Structural characteristics and sound absorption coefficients of PLA needled nonwoven materials with different needling depths

PLA 针刺非织造材料	厚度/mm	孔隙率/%	平均吸声系数
PLA ₃₀₀₋₈₋₃	6.8	96.50	0.12
PLA ₃₀₀₋₈₋₅	5.5	95.06	0.13
PLA ₃₀₀₋₈₋₈	4.1	94.75	0.08
PLA ₃₀₀₋₈₋₁₀	4.2	93.93	0.08

在针刺道数为 8 道，调控针刺深度，制备克重为 300 g/m² 的 PLA 针刺非织造材料，探究针刺深度对材料吸声性能的影响。

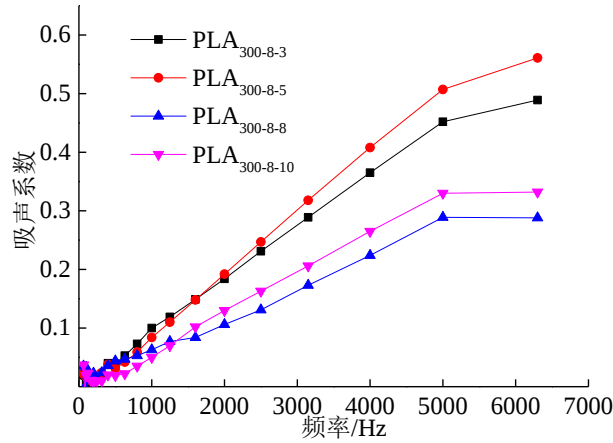


图 2-4 不同针刺深度下 PLA 针刺非织造材料吸声系数对比

Fig.2-4 Comparison of sound absorption coefficients of PLA needle-punched nonwoven materials under different needle depths

由图 2-4 中可知，随着针刺深度的增加，PLA 针刺非织造材料吸声性能先增大后减小，表 2-3 中针刺深度的增加，非织造材料厚度与孔隙率不断减小。当针的规格一定时，针刺深度大，钩刺带动纤维多，也可加大带动纤维移动的距离，加强纤维之间的缠结，纤维间摩擦增多抱合紧密，材料厚度减小。

图 2-5(a) 中可发现，当针刺深度为 3 mm 时，非织造材料厚度为 6.8 mm，针刺过程中纤网内部部分纤维未被针刺，纤维间纠缠不够紧密，较多材料内部纤维间无缠结，而针刺深度 5 mm 时可以有效对材料针刺加工，整体结构紧密，因此随着针刺深度增加各频率吸声系数提高。但针刺深度过大，会使纤维断裂

增多，非织造材料强度反而下降，同时厚度与孔隙率减小，吸声性能随之降低。
对比各针刺深度，5 mm 针刺深度下针刺 PLA 非织造吸声材料效果最好。

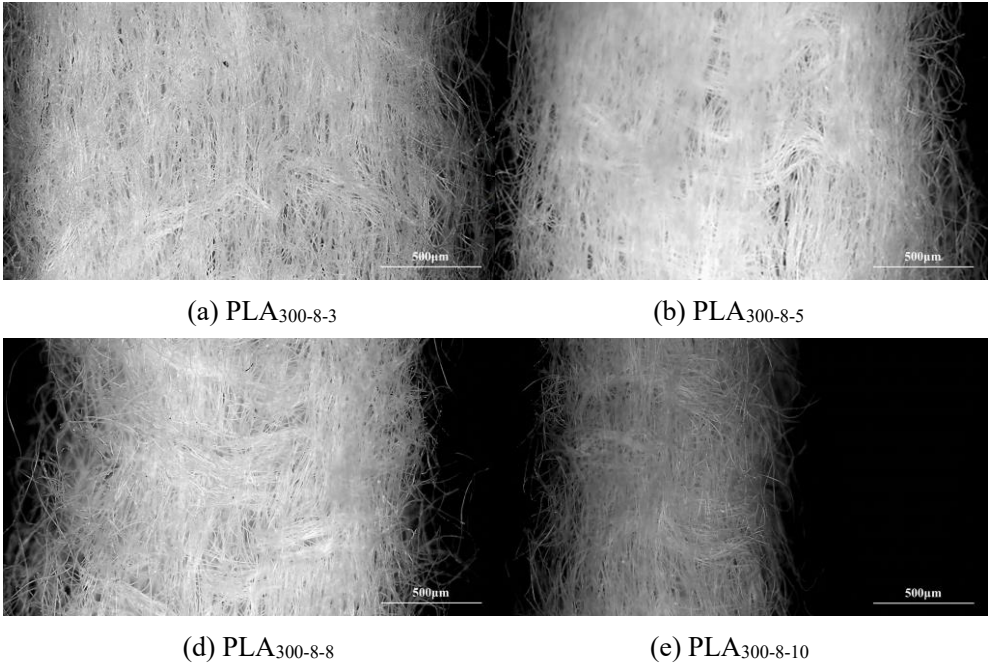


图 2-5 针刺非织造材料截面光学显微镜图

Fig.2-5 The optical microscope observation diagram of the cross section of the needle-punched nonwoven material

2.3.4 铺叠层数对吸声性能的影响

将 PLA₃₀₀₋₈₋₅ 铺叠不同层数测试分析材料厚度对吸声性能影响。

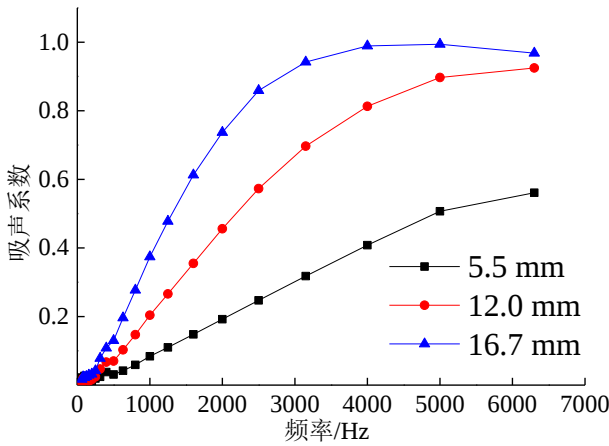


图 2-6 PLA 针刺非织造材料堆叠层数对吸声性能影响

Fig.2-6 Effect of stacking layers of PLA needle-punched nonwovens on sound absorption performance

从图 2-6 中可以发现吸声系数最大的频率向低频方向移动一个倍频程，这是因为将 PLA 针刺非织造材料堆叠，材料厚度加倍，而多孔吸声材料的低频吸声系数一般较低，当材料厚度增加时，低频吸声系数增加很快。随着厚度的增加，材料的吸声系数增大，声波在 PLA 针刺材料中传播距离随着厚度变长，声波在纤维与纤维间的孔洞中摩擦碰撞增多，所消耗的能量越多，吸声性能有效提升。

2.4 本章小结

本章对不同针刺工艺下和不同堆叠层数下 PLA 针刺非织造材料微观结构和吸声性能进行分析，得出结论：

(1) PLA 针刺非织造材料吸声系数主要受纤维喂入量和针刺深度影响，针刺道数主要影响材料厚度与孔隙率，厚度的增加可以明显提升材料吸声性能。其中，增大喂入量可制备高面密度针刺非织造材料，纤维与纤维间结构更加紧凑，可以有效的将声波转化为热能消耗掉；针刺深度影响钩刺带动的纤维数量和距离，针刺深度越大纤维相互缠结增强，产品强度高，但是过大的针刺深度会使纤维断裂增多，产品强度下降，同样也会降低吸声系数。

(2) 在面密度为 300 g/m^2 ，针刺道数为 8 道，针刺深度为 5mm 时，PLA 针刺非织造布吸声性能较好，6300 Hz 时吸声系数可达 0.56。

第3章 PLA 超细纤维膜/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究

3.1 引言

单一的材料结构极大地限制了其在声能粘热消耗方面的作用^[68]，为提高吸声性能，研究新型复合吸声材料是重要的发展道路。采用静电纺丝技术制备的 PLA 超细纤维具有高孔隙率、多孔互联结构，在吸声领域具有极大的应用潜力。

本章在 PLA 针刺非织造布的基础上制备聚乳酸超细纤维/针刺非织造布复合吸声材料，观察超细纤维微观形貌，探究纺丝液溶液组分及纺丝工艺参数对 PLA 超细纤维膜形貌的影响。对复合材料进行吸声性能测试，分析 PLA 纤维形貌及复合材料三维结构对吸声性能的影响。

3.2 实验部分

3.2.1 实验原料及实验仪器

表 3-1 实验原料及实验仪器

Tab 3-1 Experimental raw materials and experimental instruments

原料(仪器)名称	规格(型号)	生产厂家
PLA	6060D	上海郡冉塑胶有限公司
三氯甲烷(CF)	分析纯	国药集团化学试剂有限公司
N, N-二甲基甲酰胺(DMF)	分析纯	上海阿拉丁生化科技股份有限公司
电子天平	WTB5003	杭州万特衡器有限公司监制
磁力搅拌器	B4-1A	上海司乐仪器有限公司
真空干燥箱	DZG-6050D	上海森信实验仪器有限公司
粘度计	DV-79	上海尼润智能科技有限公司
全自动比表面积及孔径分布仪(BET)	ASAP2460	美国麦克(Micromeritics)公司。
电子扫描显微镜(SEM)	S-4800	日本日立公司
数字式织物厚度仪	YG141LA	宁波纺织仪器厂
噪声振动测试系统	VA-Lab	中科新悦(苏州)科技有限公司

3.2.2 样品的制备与性能测试

(1) PLA 超细纤维的制备

将一定质量 PLA 溶解在 CF 和 DMF 混合溶液中，常温搅拌 12 h，配置质量分数为 7~18 wt.% 的纺丝液，将制得的超细纤维膜放入真空烘箱中于 30℃ 下干燥 12h。具体工艺参数如表 3-2 所示。

表 3-2 静电纺 PLA 超细纤维膜的工艺参数

Tab.3-2 Process parameters of electrospinning PLA nanofiber membrane

纺丝电压(kV)	环境湿度(%RH)	纺丝速率(mL/h)	收集距离 (cm)
10	60	0.6	10
15	70	0.8	15
20	80	1.0	20
25	90	1.2	30

(2) PLA 超细纤维/针刺非织造布复合材料的制备

室温条件下，分别以不同 CF:DMF 溶剂比例(7:3、8:2)与 PLA 含量(7 wt.%、12 wt.%)制备 PLA 纺丝液，搅拌 12 h 后，采用静电纺丝技术分别制备不同纤维形貌 PLA 超细纤维膜，并覆盖在 PLA 针刺非织造布一侧得到 PLA 超细纤维/针刺非织造布复合材料，环境相对湿度约为 60-70 %RH，纺丝距离 15 cm，纺丝速率为 1 mL/h，调控纺丝时间，制备不同厚度纤维膜复合材料。

(3) PLA 超细纤维形貌表征

采用场发射电子扫描显微镜观察不同纺丝工艺下纺制纤维的微观形貌。在 SEM 下观察 PLA 超细纤维表面形态。在观察之前，在 15kV 的工作电压下喷金 10 秒，使用 10kV 的加速电压放大观察表面形态。同时，采用 ImageJ 测试不同条件下纺制纤维的直径、孔径及二者分布，随机测试 100 根。

(4) PLA 纤维膜厚度测试

按照 GB/T 24218.2—2009^[66] 采用 YG141LA 型织物厚度仪(宁波纺织仪器厂)测定在复合材料中剥离出的 PLA 超细纤维膜厚度。压脚面积为 2500 mm²，压重砝码为 100 cN，将纤维膜剪裁 3 块大小为 100 mm × 100 mm 的试样，每组样品随机选取 5 个点，求其平均值。

(5) PLA 纺丝液粘度测试

使用粘度计测试不同溶液配比下纺丝液粘度，每个样品测试五次，取平均值。

(6) 比表面积及孔径测试

使用全自动比表面积及孔径分布仪，分析多孔纤维膜与无孔纤维膜的比表面积、孔容及对氮气分子的吸附情况。

(7) 吸声性能测试

PLA 超细纤维膜覆盖在针刺非织造材料样品，考虑样品在阻抗管内的测试方向，复合材料上纤维膜面迎声或背声对吸声效果可能存在一定影响，因此改变不同放置位置，如图 3-1 所示，将样品放置方式分为迎声面放置和背声面放置测试吸声性能。堆叠更多层数 PLA 针刺非织造材料与 PLA 超细纤维膜并改变堆叠结构，其中将 PLA 针刺非织造材料记为“Z”PLA 超细纤维膜记为“M”，如图 3-1 中示例图①记为 PLA_{MZM} ，测试分析复合吸声材料三维结构对吸声性能的影响。样品测试 3 次并计算平均值。

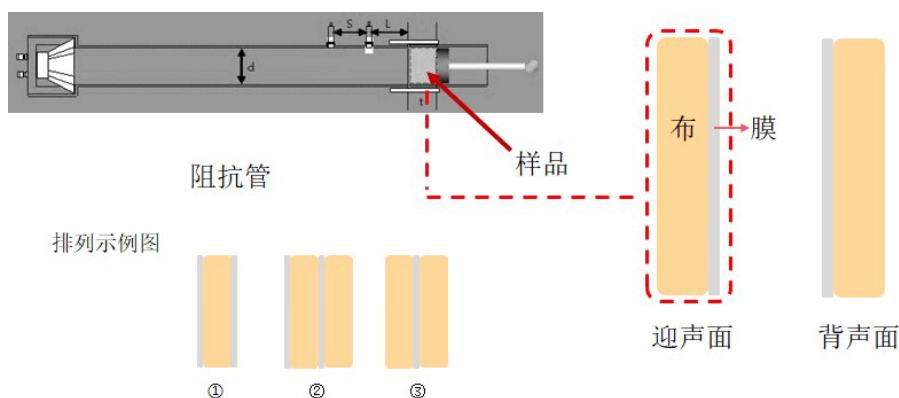


图 3-1 样品吸声测试示意图

Fig.3-1 Sample sound absorption test diagram

3.3 结果与讨论

3.3.1 聚合物溶液性质对纤维形态结构的影响

表 3-3 不同配比下纺丝液黏度

Tab.3-3 Viscosity of spinning solution under different ratios

CF:DMF	7:3	8:2	9:1	10:0
黏度(mPa·s)	628	696	714	743

纺丝溶剂配比是静电纺丝过程中的重要参数之一，对所纺纤维的形貌、直

径有直接影响。在纺丝工艺为 12 wt.% 纺丝浓度、15 kV 纺丝电压、1.0 mL/h 纺丝速率、15 cm 纺丝距离、70 %RH 纺丝湿度条件下，调控纺丝溶液配比对纤维形貌和直径的影响。

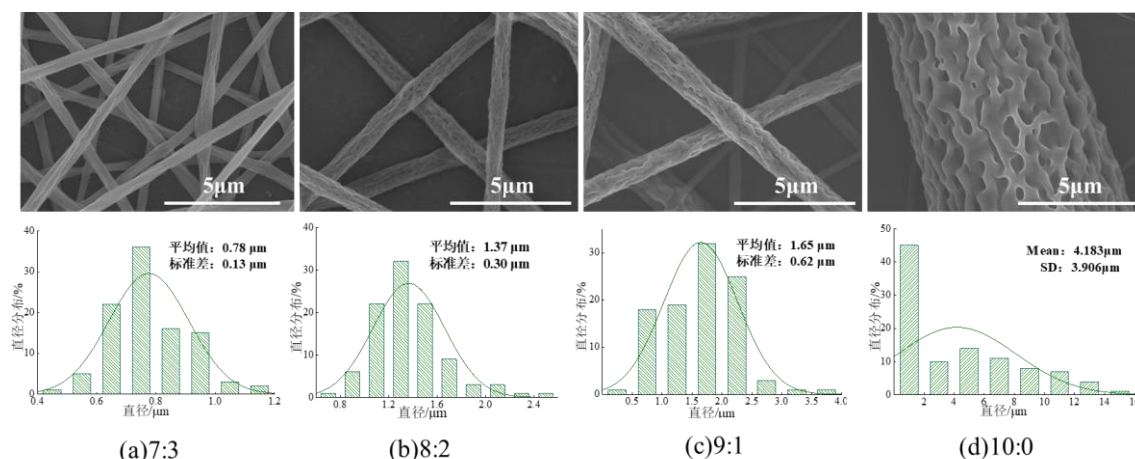


图 3-2 不同配比下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径分布图

Fig.3-2 SEM images and diameter distribution of PLA nanofiber with different proportions

从图 3-2 中可以观察到随着三氯甲烷含量的不断增加，纤维平均直径不断增大，从 7:3 时 0.78 μm 到 10:0 时的 4.18 μm ，可以由表 2 中观察到随着三氯甲烷含量的增加，纺丝液黏度随之增大，阻碍了静电纺丝中纤维的拉伸，导致纤维直径的不均及直径的不断增大 [69]。N,N-二甲基甲酰胺的加入可以有效的降低纺丝液黏度，在纺丝过程中更不易堵住针口，从而可以更高效率得到 PLA 超细纤维。而当三氯甲烷含量较低时，从 6:4 配比开始，磁力搅拌 12h 后，纺丝液呈白色浑浊状态，三氯甲烷含量的降低，PLA 树脂颗粒不能完全溶解在溶液中，进而无法进行静电纺丝。

图 3-2(a)溶液配比 7:3 时可以观察到 PLA 纤维上存在极少孔洞，纤维表面光滑；随着三氯甲烷含量的不断提高，多孔结构稳定，孔洞分布密度大，8:2 时纤维孔洞多呈现椭圆状；9:1 孔形状出现微小圆孔，10:0 相邻孔洞间多有连接，这主要由于 CF 含量的增加改变了纺丝液的溶液挥发性，原因在于 CF 的沸点相对较低于 DMF，不同溶剂蒸发之间的差异导致多孔表面形貌的形成 [70]。对于多种溶液共混的静电纺多孔超细纤维，不同溶液之间挥发速率的不同对纤维多孔结构的产生起到关键作用。综合纤维直径分布考虑选择 CF:DMF 为 8:2 配比进行后续实验。

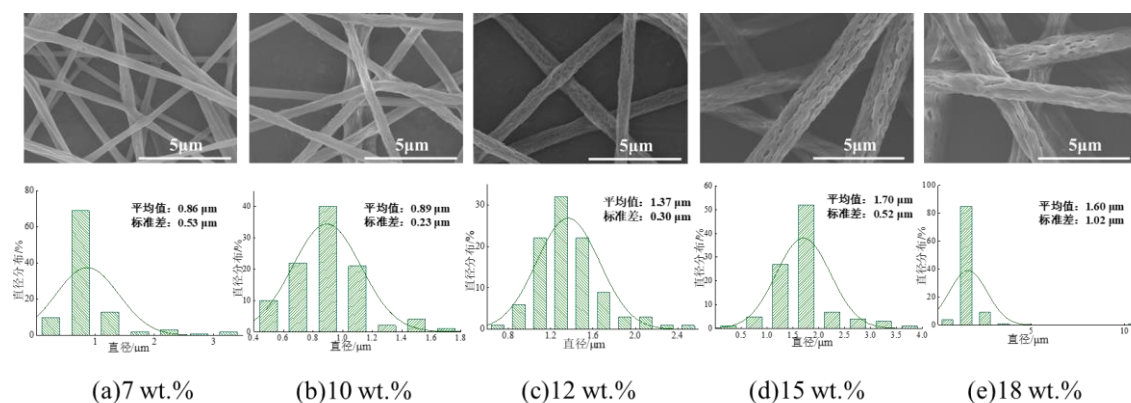


图 3-3 不同浓度下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径分布图

Fig 3-3 Scanning electron microscope images and diameter distribution of PLA microfiber at different concentrations

溶液浓度对决定静电纺丝纤维的尺寸和形貌有重要作用。为探究浓度对纤维形态的具体影响，保持溶液配比为 8:2、纺丝电压为 15 kV、环境湿度为 70 %RH、纺丝速率为 1.0 mL/h、收集距离 15 cm，由图 2 可知，随着 PLA 浓度的不断提高，纤维直径也在不断变粗。浓度的提升，使纺丝液表面张力越大，这阻碍了纺丝过程中纤维的牵伸，从而使得纤维直径不断增大。在 7 wt.%浓度时纤维直径较细，但存在纺锤体，这是由于纺丝液浓度较低时，纺丝过程中拉伸力相对于过大导致聚合物链较易断裂，导致 7 wt.%时串珠状纤维的产生；在 10 wt.%和 12 wt.%时，纤维均匀性相差无几；15 wt.%与 18 wt.%开始出现些许较粗的纤维，随着纺丝液浓度的增加，纺丝液黏度和表面张力也随之增大，更不易拉伸，适宜的浓度更易得到细度一致的纤维，并具有更高效的纺丝效率^[71]。

PLA 浓度对纤维的多孔结构主要影响在于成孔密度及孔洞形状，浓度较低时，纺丝过程中不易于牵伸而得到密度低甚至没有孔的超细纤维，在 7 wt.%和 10 wt.%无明显孔洞或极少孔洞，且深度较浅；浓度较高时，高分子链间高度粘结，阻碍牵伸同样使孔洞密度较低，图 3-3(a),(b)可见，12 wt.%开始 PLA 纤维出现十分明显的多孔结构，孔洞分布密度大且多为椭圆形，孔洞也较深，相较于 7 wt.%与 10 wt.%总体纤维上孔洞形态更好，这是由于随着浓度的提高，粘度增大，高分子链之间充分纠缠，纺丝过程中牵伸稳定，更利于形成多孔纤维；但随着溶液浓度的增高，由图 3-3(d)可见，孔洞分布密度较稀疏，孔洞形状出现圆形小孔，当浓度提高到 18 wt.%时，PLA 高分子链高度粘结，粘度的增大逐渐

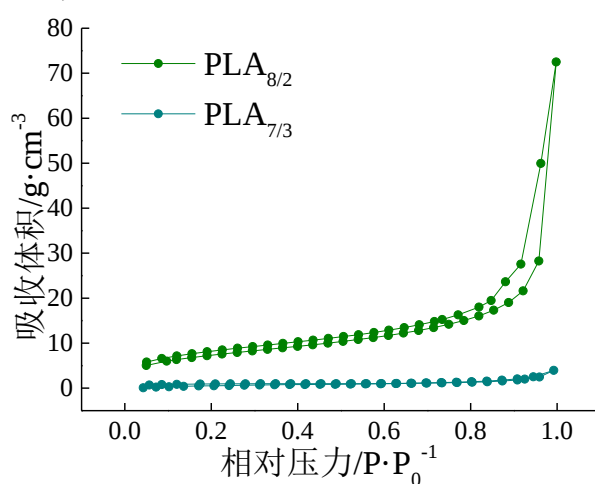
阻碍牵伸，并且溶剂挥发不够快，纺丝过程中发生热致相分离时不够剧烈，溶剂富集相的体积相对于总体积减少，因而所成孔的孔径变小^[72]。综合直径参数考虑要制备出优越的 PLA 多孔纤维需要较合适的纤维浓度，本实验中 12 wt.% 更易制出细度一致，成孔状况良好的多孔超细纤维。

表 3-4 PLA 超细纤维膜的 BET

Tab.3-4 BET of PLA micro-nano fiber membrane

材料	比表面积 (m^2/g)	孔容(cm^3/g)		
		微孔孔容	介孔孔容	总孔孔容
PLA _{8:2}	24.01	0.000929	0.107295	0.108224
PLA _{7:3}	2.45	0.000869	0.005265	0.006134

表 3-4 为 PLA 超细纤维膜的 BET 结果。PLA_{8:2} 与 PLA_{7:3} 为 12 wt.% 纺丝浓度、15 kV 纺丝电压、15 cm 纺丝距离、1.0 mL/h 纺丝速率、70%RH 纺丝湿度下不同配比静电纺超细纤维膜。

图 3-4 多孔 PLA 纤维与无孔 PLA 纤维的 N_2 吸附脱附曲线Fig.3-4 N_2 adsorption-desorption curves of porous PLA fibers and non-porous PLA fibers

从表中可见，溶液配比 7:3、纤维无孔情况下比表面积仅为 $2.45 \text{ m}^2/\text{g}$ ；溶液配比 8:2 下产出的多孔纤维比表面积为 $24.01 \text{ m}^2/\text{g}$ ，且总孔孔容显著增加，与 SEM 图片结果吻合。PLA_{8:2} 相较于 PLA_{7:3} 提高了三氯甲烷的含量，其余实验参数不变的情况下三氯甲烷挥发量增多，更易形成多孔结构。图 3-4 为不同配比 PLA 纤维膜的 N_2 吸附脱附曲线，高比表面积多孔纤维膜 N_2 吸附量较无孔纤维膜明显增大，PLA_{8:2} 吸附脱附曲线表现为 IV 型等温线，说明 PLA_{8:2} 超细纤维膜

中含有大量的孔洞；吸附脱附曲线中形成滞后回路，说明这些孔洞分布均匀且孔孔相连，具有良好的比表面积，证明了不同溶液配比对纤维膜表面积和孔结构有显著影响。

3.3.2 纺丝工艺参数对纤维形态结构的影响

(1) 纺丝电压

纺丝电压是纺制超细纤维非常重要的一个工艺参数，当溶液配比为 8:2、溶液浓度为 12 wt.%、环境湿度为 70 %RH、纺丝速率为 1.0 mL/h、收集距离 15 cm 时，通过直径分布图可以发现，随着电压的增大，平均直径减小。电压主要影响着纺丝过程中纤维的牵伸，电压较小时，纺丝液难以克服自身表面张力，所产出的 PLA 纤维相较于高电压时直径偏大。电压的升高使得纺丝射速大，射流鞭动激烈，25 kV 纺丝时，随着电压的增大，直径标准差先变小后变大，纤维直径分布趋向不均匀。

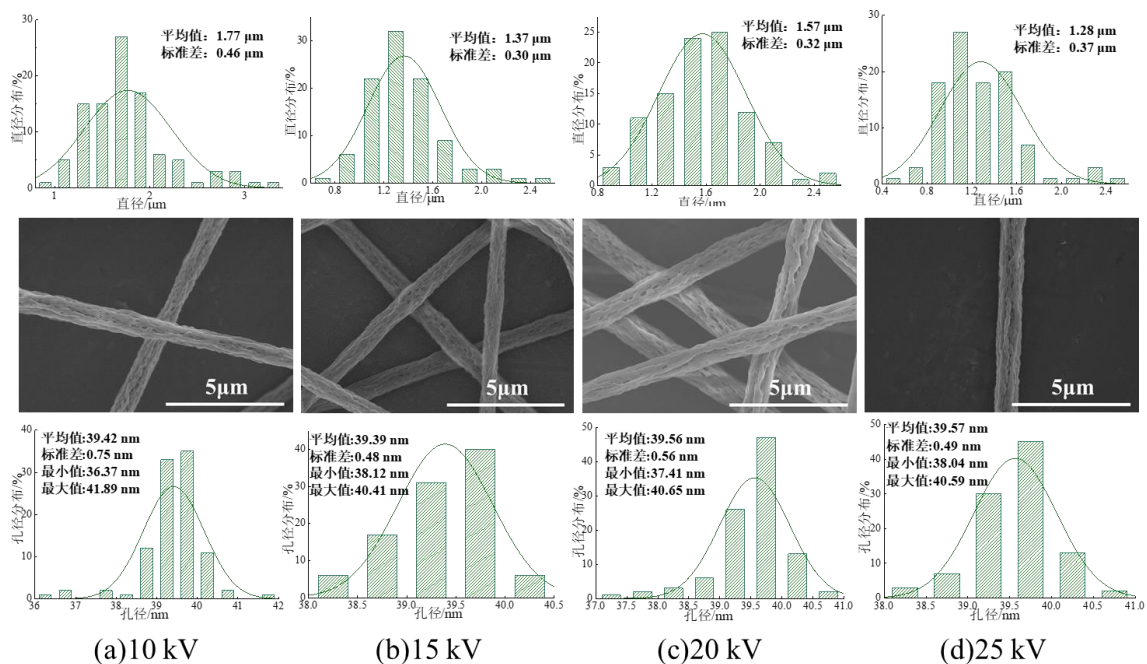


图 3-5 不同纺丝电压下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径与孔径分布图

Fig.3-5 SEM images and diameter and pore size distribution of PLA micro-nano fiber at different spinning voltages

对于成孔效果来说，10 kV、15 kV 所成孔大多均为椭圆形孔洞，20 kV、25 kV 逐渐伴随有微小圆孔，主要因为随着电压的增大，加快了溶剂挥发，微小圆

孔出现的同时更易形成大孔径孔洞, 10 kV 时孔径大多集中于 39-40 nm 之间, 随着电压的升高孔径更趋向于 39.5-40 nm 区间。综合直径分布, 15 kV 纺丝电压下, 纤维形貌较好。

(2)环境湿度

环境湿度对纤维成孔有重要的影响, 在静电纺纤维的过程中, 大气中的水蒸气会附着纤维表面形成液滴, 导致相分离的发生, 形成富含聚合物溶质和富含聚合物溶剂的两个区域, 随着纺丝过程中溶剂的不断挥发, 富含聚合物溶剂的区域即为多孔结构 [73-74]。

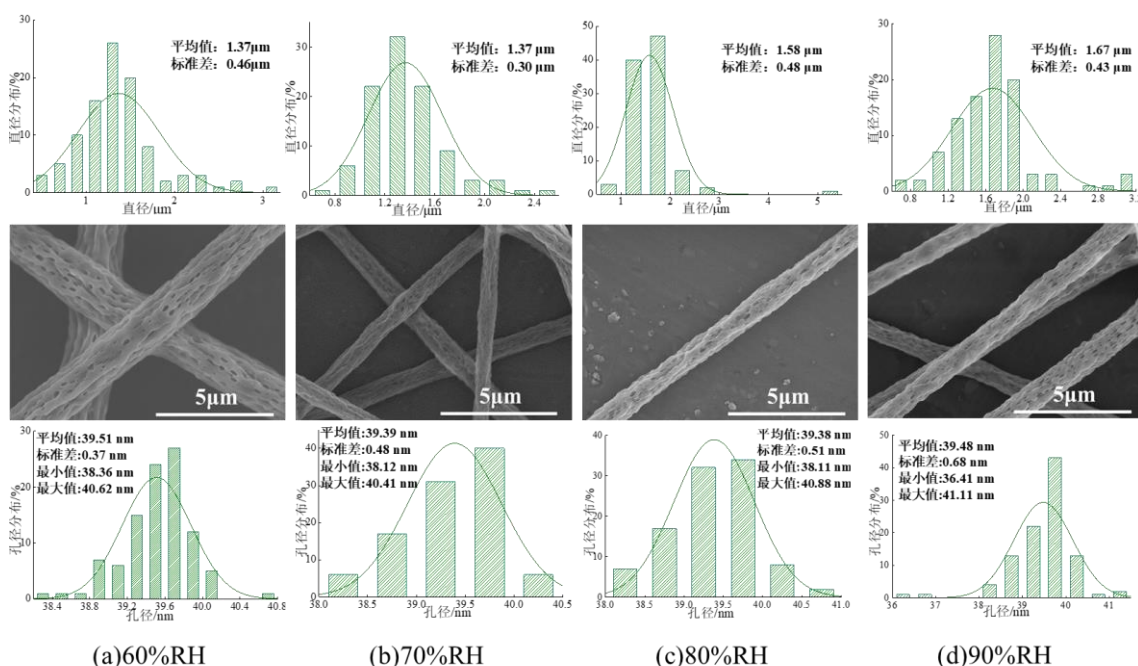


图 3-6 不同湿度下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径与孔径分布图

Fig.3-6 SEM images and diameter distribution of PLA nanofiber under different humidity

控制溶液配比为 8:2、溶液浓度为 12 wt.%、纺丝电压 15kV、纺丝速率为 1.0 mL/h、收集距离 15 cm 通过直径分布图对比来看, 各个湿度下纤维平均直径呈上升趋势, 但变化并不明显; 除 70 %RH 外, 其余相对湿度下 PLA 纤维均匀性较差。实验观察发现 60 %RH 时针头常有堵塞情况, 低湿度时三氯甲烷挥发会迅速干燥, 溶剂的挥发速度可能比从针头移出速度快, 进而导致针头堵塞, 纺丝不连续。且 60 %RH 时不同单根纤维上孔洞情况差别很大, 首先考虑到拍 SEM 前喷金时长的影响, 而在更高湿度情况下均未发现该现象, 这是因为高湿

度时，溶剂挥发带走热量，纤维表面温度小于室温，水滴易附着在纤维表面，孔洞更易形成^[75]，但过高的湿度会影响纤维形态形成珠状或串珠状纤维，故选用 70 %RH 湿度环境进行实验。

(3) 纺丝速率

溶液流速影响了实际产出 PLA 纤维的效率，理论上流速越快，产量越高。当溶液配比为 8:2、溶液浓度为 12 wt.%、纺丝电压为 15 kV、环境湿度为 70 %RH、收集距离 15 cm 时，通过直径分布图，各流速下大多纤维直径位于 1.2-1.6 μm 区间，0.6 mL/h 存在少数 3 μm 直径以上纤维，这时因为流速较慢时针头处泰勒锥不稳定导致纺丝过程中容易出现堵塞针头的情况，从而使得纤维的均匀性较差^[76]。

多孔结构在不同纺丝速率下密度相近，孔洞形状多为椭圆形，综合考虑纺丝速率及孔径大小选用 1.0 mL/h 流速进行静电纺 PLA 纤维。

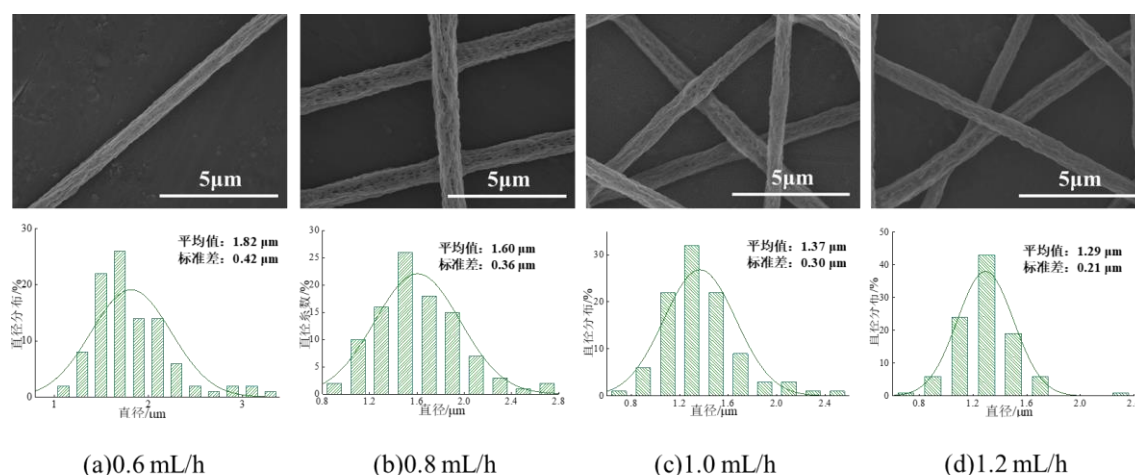


图 3-7 不同纺丝速率下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径分布图

Fig.3-7 SEM images and diameter distribution of PLA nanofiber at different spinning rates

(4) 收集距离

控制溶液配比为 8:2、溶液浓度为 12 wt.%、纺丝电压为 15 kV、环境湿度为 70 %RH、纺丝速率为 1.0 mL/h。

收集的距离主要影响电场的强度和溶液的挥发，针头与收集装置距离较短时，较高的电场强度使得静电纺时纤维鞭动激烈^[77]，形成熔合纤维，如图 3-8(b) 纤维之间粘接情况，且导致溶剂没有充分的挥发时间导致孔洞分布稀疏。而过

远的距离导致电场强度不够，一方面静电纺时溶液不易突破表面张力，导致纤维均匀性较差，如图 3-8(c)中 20 cm 距离情况下纤维直径的标准差为 0.54，相较于 10 cm 与 15 cm 距离时有所提高；另一方面较远的收集距离使得收集效率变低，故综合考虑 15 cm 为最佳收集距离。

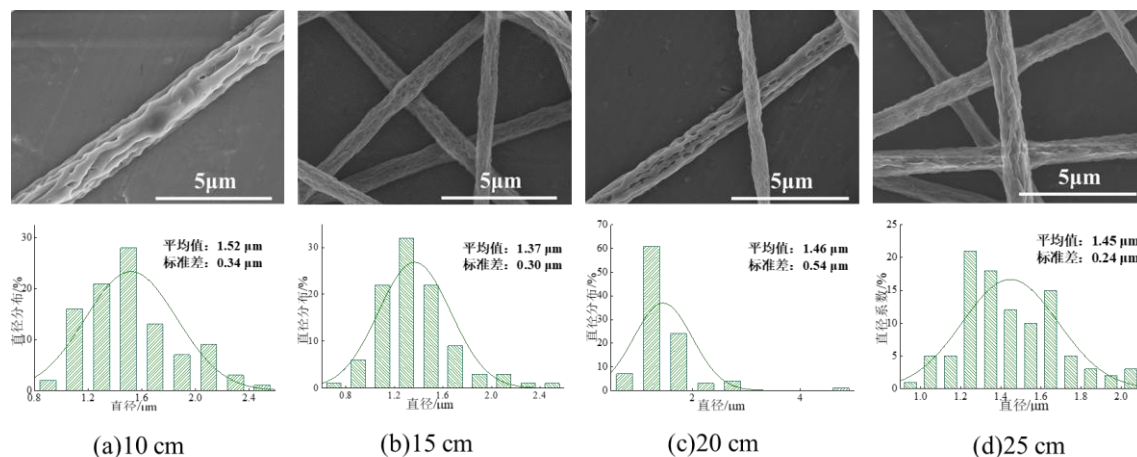


图 3-8 不同收集距离下 PLA 超细纤维扫描电镜图像及直径分布图

Fig.3-8 SEM images and diameter distribution of PLA nanofiber at different collecting distances

3.3.4 PLA 超细纤维/针刺非织造布复合材料吸声性能

(1) PLA 超细纤维形貌对吸声性能的影响

根据上文制备 PLA 不同形貌纤维膜的探究，固定纺丝工艺为室温条件下，环境湿度为 70 %RH 纺丝电压 15 kV，纺丝速率为 1.0 mL/h 以及收集距离为 15 cm。通过改变溶液比例与 PLA 浓度分别影响纺丝液的挥发速率与粘度，制备不同形貌 PLA 纤维。当 CF:DMF 为 8:2，PLA 浓度为 7 wt.% 时制备 PLA 串珠纤维；当 CF:DMF 为 7:3，PLA 浓度为 12 wt.% 时制备 PLA 无孔纤维；CF:DMF 为 8:2，PLA 浓度为 12 wt.% 时制备 PLA 多孔纤维。

图 3-9(a)可以发现多孔纤维膜迎声面放置时，吸声效果要优于串珠和无孔纤维膜，在 6300 Hz 时吸声系数最高可达 0.79，主要是因为多孔纤维膜特殊的纤维结构带来的高比表面积和高孔隙率。声波传达到复合材料表面时，部分声波被反射，剩余声波透射进入材料内部中纤维之间的空隙和微孔以及 PLA 超细多孔纤维上的孔洞，材料内部空气开始运动，由于空气的粘滞阻力和空气与纤维及孔壁的摩擦，部分声能转化为热能从而被消耗掉，得到显著的吸声性能^[78]。

图 3-9(b) 背声面放置时各形态纤维膜吸声性能与纯针刺材料基本一致，说明背

声位置下纤维膜并没有起到吸声的作用，这主要是因为复合材料的孔隙率排布方式。PLA 超细纤维膜迎声面放置时，高孔隙率的多孔纤维膜使得声波容易进入材料内部传递，而背声面放置与针刺非织造材料受声方式相同，吸声效率较低^[79]。因此，为吸收更多声能进入材料内部，将 PLA 超细纤维膜采用迎声面放置进行测试。

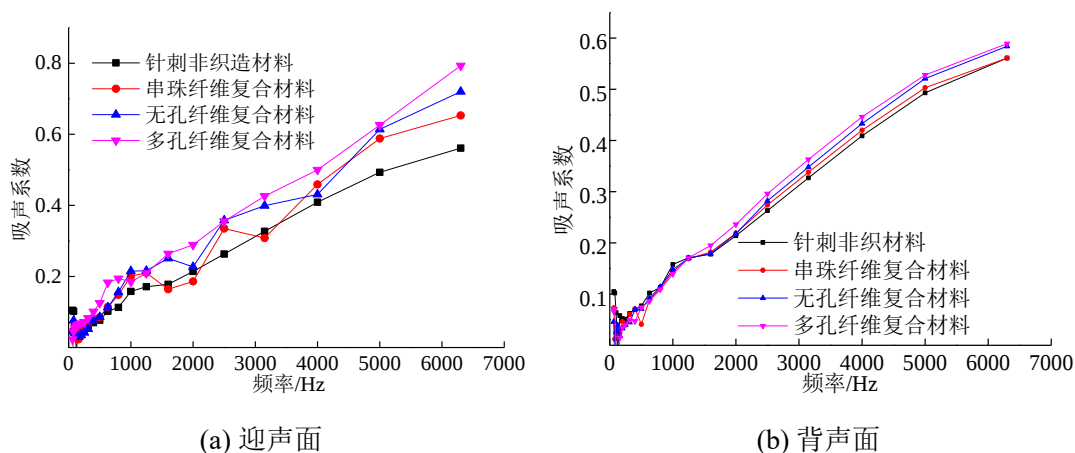


图 3-9 纤维膜不同朝向下纤维形貌对吸声性能的影响(a) 迎声面放置; (b) 背声面放置
Fig.3-9 Influence of fiber morphology on the acoustic performance of fiber membranes with different orientations (a) placed on the sound-facing side; (b) placed on the sound-facing side.

(2) PLA 超细纤维厚度对吸声性能影响

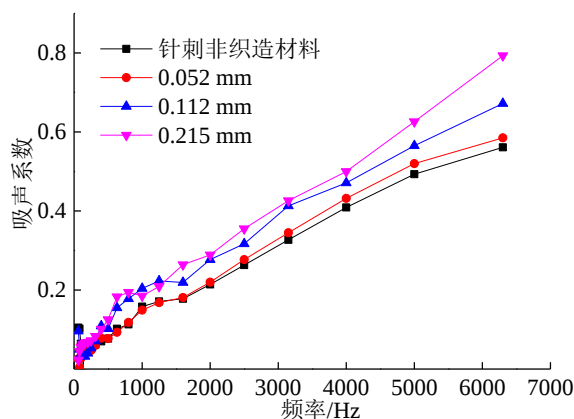


图 3-10 纤维膜厚度对吸声性能影响
Fig 3-10 Effect of fiber film thickness on acoustic performance

改变沉积时间将不同厚度 PLA 多孔超细纤维膜与 PLA₃₀₀₋₈₋₅ 基材复合，探究纤维膜厚度对 PLA 超细纤维复合材料吸声性能的影响。调控沉积时间(3 h、5 h

以及 10 h), 制备了厚度分别为 0.052 mm、0.112 mm、0.215 mm 的 PLA 多孔超细纤维膜。将不同厚度的 PLA 超细纤维膜与针刺非织造材料复合后迎声放置进行吸声性能测试。如图 3-10 中所示, 随着沉积时间由 3 h 增加至 10 h, 复合材料在 6300 Hz 时所测得的吸声系数由 0.58 增加至 0.79。这是由于沉积时间与纤维膜的厚度成正比, 随着厚度的增加, 声波在穿过纤维膜的过程中接触面积增大, 摩擦增多, 更多的被转化为热能消耗, 复合材料吸声性能得到提升^[80]。

(3)堆叠结构对吸声性能的影响

堆叠不同层数 PLA 针刺非织造材料与 PLA 超细纤维膜并改变堆叠结构, PLA 复合吸声材料内部孔分布随之改变, 声波传递过程能量损耗程度的不同影响材料吸声性能。在实际生活应用中, 中低频往往是更需要考虑的频率, 使用 PLA 超细纤维膜可以使材料厚度几乎不变的情况下实现更高效的吸声效果^[81]。目前市面上常用的车用吸声材料吸声性能与厚度与三层针刺布相近, 约在 15 mm 左右; 图 3-11 中双层针刺布加双多孔膜的组合方式 PLA_{MZZM} 在 0-1200 Hz 中低频下达到三层针刺布的效果, 在实际使用中节省空间更加绿色环保。纤维膜靠近声源相较于夹在 PLA 非织造材料中, 如图中 PLA_{MZZM} 与 PLA_{ZMZZM} 复合材料声波吸收的峰值向中频方向移动, 超细纤维膜中的纳米小孔可以高效吸收中高频声波, 改变堆叠结构可以针对不同的声频, 以应对不同的实际应用情况。

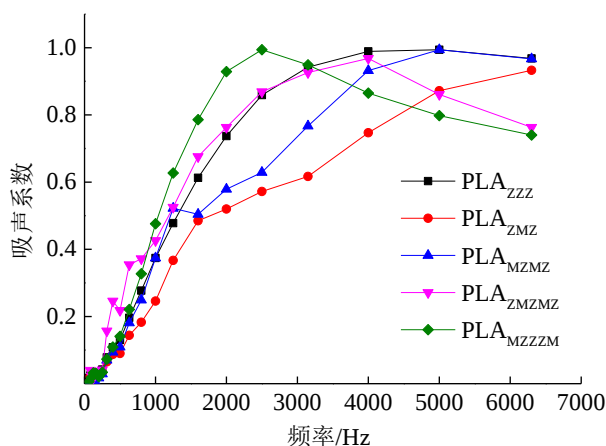


图 3-11 不同堆叠结构下复合材料吸声性能

Fig.3-11 Acoustic absorption properties of composites with different stacking structures

3.4 本章小结

(1)在 CF:DMF 溶剂比例为 8:2, PLA 含量为 12 wt.%时制备 PLA 超细多孔纤

维可以有效提升复合材料吸声性能。静电纺 PLA 超细纤维形貌的对复合材料的吸声性能有较大影响，多孔纤维膜因其特殊的多孔结构，单根纤维上的纳米孔洞与非织造材料纤维间的孔洞形成三维立体多孔吸声结构，声波在孔洞中反复碰撞摩擦，可以有效地提升复合材料吸声性能；同时增加复合的超细纤维膜厚度，同样有助于复合材料吸声性能的提高。

(2)超细纤维膜厚度相较于针刺非织造材料可以忽略不计， PLA_{MZMZ} 双层针刺非织造布加超细纤维膜结构下可以达到三层针刺非织造材料的吸声性能；改变复合材料堆叠结构，吸声频率随之变化，可应对更多的实际需求。

第4章 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料的制备及性能研究

4.1 引言

第三章中的研究结果显示, PLA 超细纤维的加入使复合材料的吸声性能有效提升, 然而超细纤维膜的致密堆叠结构, 使其纤维间孔洞主要存在与纤维表面, 而纤维上的纳米孔容易因纤维间堆叠而堵塞, 进而影响复合材料吸声性能。因此改变超细纤维结构, 开发设计高孔隙率, 不被二维层面所影响的多孔纤维材料具有重大研究意义。相较于二维结构膜材料, 三维结构气凝胶的制备利用为 PLA 在吸声领域提供新的思路^[82]。

PLA 气凝胶具有质轻、高孔隙率、高比表面积以及形状可控等特性, 其内部三维多级屈曲孔结构可以高效消耗声能, 可通过真空抽滤以及冷冻干燥技术制备多孔复合吸声材料, 构建三维多级微纳米孔结构, 在实验探索和实际应用中都具有积极的研究意义^[83]。

因此本章以 PLA 多孔超细纤维为原料, 均质分散后真空抽滤至 PLA 针刺布中, 采用 PVA 水溶液作为粘合剂加强复合材料物理结构, 采用冷冻-干燥技术制备三维多级微纳米孔结构的 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料, 探究不同 PLA 超细纤维固含量和抽滤时间下制备的复合材料吸声性能的变化。

4.2 实验部分

4.2.1 实验原料及实验仪器

表 4-1 实验原料及实验仪器

Tab 4-1 Experimental raw materials and experimental instruments

原料(仪器)名称	规格(型号)	生产厂家
PLA	6060D	上海郡冉塑胶有限公司
CF	分析纯	国药集团化学试剂有限公司
DMF	分析纯	上海阿拉丁生化科技股份有限公司
聚乙烯醇(PVA)	1750±50	国药集团化学试剂有限公司
电子天平	WTB5003	杭州万特衡器有限公司监制

表 4-1(续表) 实验原料及实验仪器

Tab 4-1(continued) Experimental raw materials and experimental instruments

原料(仪器)名称	规格(型号)	生产厂家
高剪切均质乳化机	HR-25	上海沪析实业有限公司
超声波清洗器	KS-7200DE	昆山洁力美超声仪器有限公司
电热鼓风烘箱	DHG-9075A	上海一恒科学仪器有限公司
集热式恒温加热磁力搅拌器	DF-101S	上海力辰邦西仪器科技有限公司
电子扫描显微镜(SEM)	S-4800	日本日立公司
数字式织物厚度仪	YG141LA	宁波纺织仪器厂
循环水式多用真空泵	SHZ-D III	上海力辰邦西仪器科技有限公司
家用冰箱	BCD-218STPS	海尔智家股份有限公司
冷冻干燥机	SCIENTZ-10N	宁波新芝生物科技股份有限公司
噪声振动测试系统	VA-Lab	中科新悦(苏州)科技有限公司

4.2.2 样品的制备与性能测试

(1)PLA 多孔超细纤维的制备

根据第三章中 PLA 超细纤维的研究结果, 配制 CF:DMF 为 8:2, PLA 浓度为 12 wt.% 纺丝液, 在室温条件下, 调控纺丝电压 15 kV, 环境湿度保持在 70-80 %RH, 纺丝速率为 1.0 mL/h, 接收距离为 15 cm, 并在真空干燥箱中 30℃ 烘干 12 h 制备 PLA 多孔超细纤维膜。

(2)PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合材料的制备

①将 PLA 多孔超细纤维膜分散于叔丁醇溶液中, 静置 20 min 保证纤维膜充分浸润, 然后采用均质机在转速为 9000 rpm 下高速均质 30 min 制备纤维固含量 1.0 wt.% PLA 超细纤维分散液, 然后稀释分别制备 0.1、0.3、0.5、0.7 wt.% 纤维固含量 200 mL PLA 分散液。

将直径 14 cm 高度约 5.5 mm PLA₃₀₀₋₈₋₅ 针刺非织造材料放入 150 mm 布氏漏斗中, 调控抽滤时间 0、20、40、60、90 min, 将抽滤后的复合材料放入冰箱冷冻 12h, 后将复合材料冷冻干燥 48h 制备未加固的 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料。其中, PLA 多孔纤维固含量 0.1 wt.%, 抽滤时间 20 min 记为 PLA_{0.1-20}, 以此类推。

②将 PVA 放入去离子水溶液中，后在 95℃水浴锅中磁力搅拌 1h 制备 0.02 wt.% PVA 水溶液。冷却后将 PVA 水溶液从装有未加固的 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料容器的一侧倒入，直至溶液与复合材料平面持平，后放入超声波清洗器中 100 W、40 Hz 下超声 1 h，将浸润后的复合材料中放入冰箱中冷冻 12 h，最后将复合材料冷冻干燥机 72 h 制备 PVA 加固后的 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料。

PVA 溶液作为纤维间的粘合剂，经冷冻干燥处理后 PVA 薄膜粘结气凝胶内部纤维加固物理结构，如图 4-1(a、b)所示，冷冻干燥后得到的未加固 PLA 复合吸声材料浸润在 0.02 wt.%PVA 水溶液中，实验过程中 PVA 水溶液从复合材料侧边倒入，避免 PVA 覆盖气凝胶表面纤维间微米孔进而影响吸声性能。图 4-1(c、d)中 PLA 纤维表面纳米孔未受到 PVA 溶液的影响，复合材料微纳米孔梯度结构未改变。

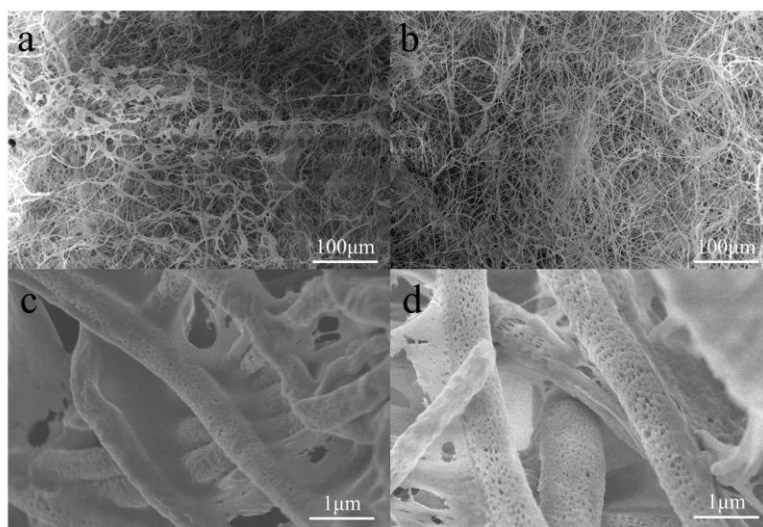


图 4-1 PLA 气凝胶/非织造布复合吸声材料表面 SEM 图

Fig. 4-1 SEM image of PLA aerogel/nonwoven acoustic composite surface

(3) PLA 分散液纤维长度测量

取少量 1.0 wt.%浓度 PLA 超细纤维分散液喷洒在铝箔纸上，放入电热鼓风烘箱中 40 °C干燥 4 h，采用场发射电子扫描显微镜扫描已烘干的纤维，在观察之前，在 15 kV 的工作电压下喷金 10 秒，使用 10 kV 的加速电压放大 150 倍拍摄 SEM 图像。同时，采用 ImageJ 测试单根 PLA 纤维的长度，随机测试 100 根。

(4) 复合材料微观形貌表征

采用场发射电子扫描显微镜扫描复合材料气凝胶表面与复合材料截面，测试条件同上。

(5) 复合材料吸声性能测试

测试方法同第二章 2.2.2(5)。

4.3 结果与讨论

4.3.1 制备工艺对复合材料形态结构的影响

均质分散过程中，20 min 后分散液中纤维仍有团聚沉淀现象，30 min 后分散液稳定均匀，如图 4-2 所示，考虑纤维长度与孔径大小，30 min 均质分散时间下 PLA 纤维可多数穿过非织造材料纤维间孔洞，真空抽滤过程中纤维可穿过孔洞，PLA 纤维气凝胶与 PLA 针刺非织造材料间纤维缠结，保证了一定的物理结构与性能，考虑均质分散时间过长均质机温度过高导致叔丁醇挥发，因此选用 30 min 作为均质分散时间。

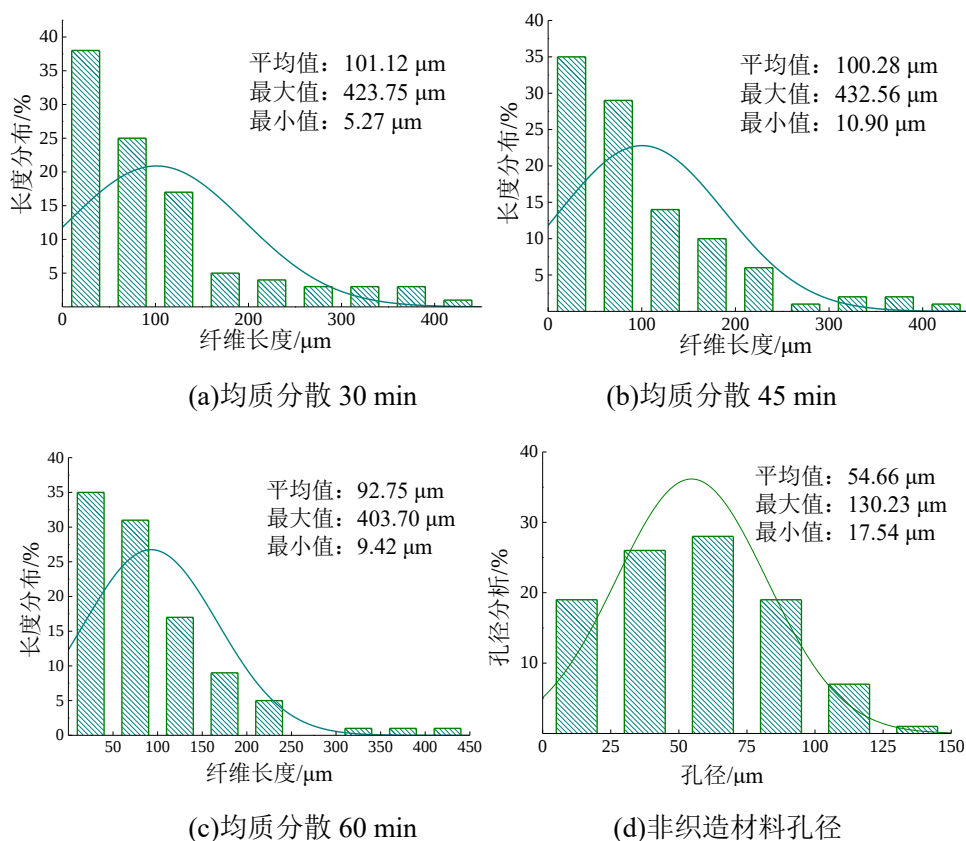


图 4-2 均质分散不同时间 PLA 超细纤维长度及非织造材料孔径

Figure 4-2 Homogeneous dispersion of different time PLA ultrafine fiber length and non-woven material pore size

如图 4-3 所示, 随着 PLA 超细纤维固含量的提升, 复合材料气凝胶层厚度逐渐增加。抽滤时间为 0 min 时, 0.1 wt.% 固含量下, PLA 超细纤维无真空抽滤作用下部分进入非织造材料纤维间孔内, 超细纤维与非织造材料纤维相互缠结, 为复合材料提供的一定的物理结构, 较低的纤维固含量下气凝胶层整体结构分散; 随着超细纤维固含量的提升, 超细纤维与非织造材料纤维的缠结导致非织造材料纤维间孔面积缩小, 在重力和浸润 PVA 溶液时超声的影响下超细纤维堆叠沉积, 形成气凝胶-非织造材料沉积层。随着抽滤时间的增加, 复合材料沉积层厚度逐渐增大, 沉积层中纤维间缠结紧密, 纤维间孔洞较少。

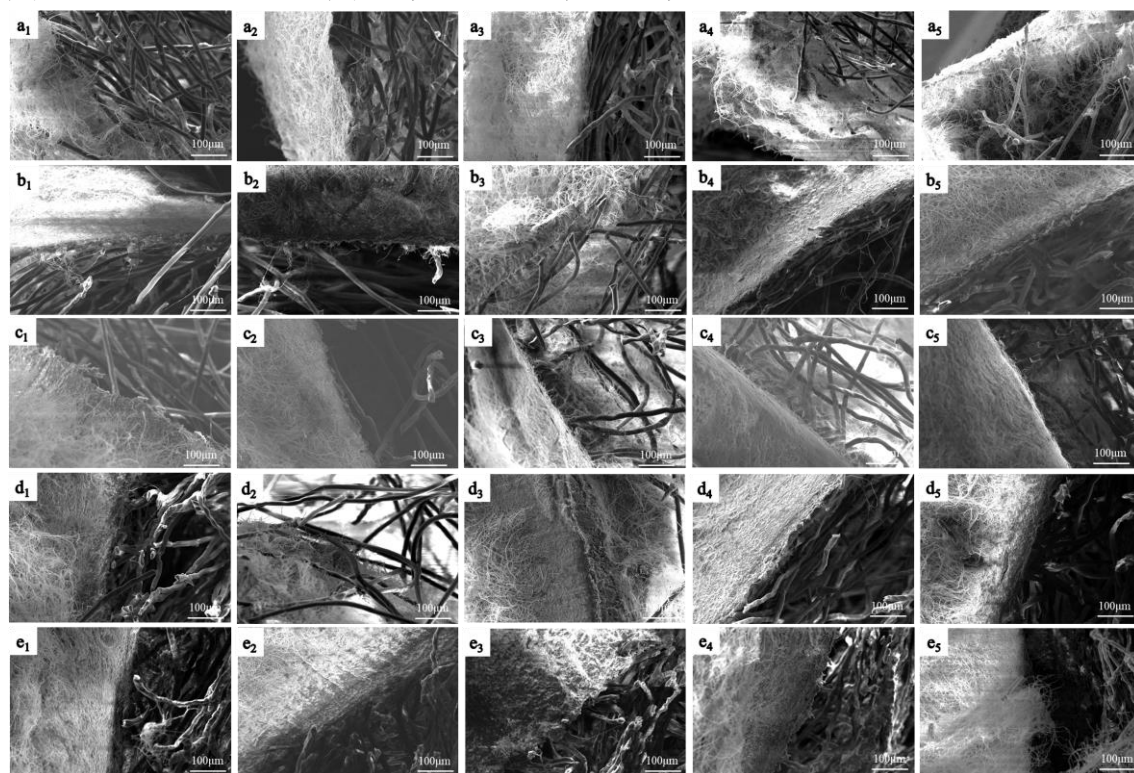


图 4-3 PLA 复合吸声材料截面 SEM 图, 字母 a-e 分别表示不同 PLA 纤维固含量 0.1、0.3、0.5、0.7、1 wt.%; 下标数字 1-5 分别表示不同真空抽滤时间 0、20、40、60、90 min。

Fig.4-3 Cross-section SEM images of PLA acoustic composites, letters a-e denote different PLA fiber solid contents of 0.1, 0.3, 0.5, 0.7 and 1 wt.%, respectively; subscripted numbers 1-5 denote different vacuum filtration times of 0, 20, 40, 60 and 90 min, respectively.

4.3.2 PLA 纤维固含量对复合材料吸声性能影响

PLA 超细纤维固含量影响复合吸声材料中气凝胶层及沉积层厚度, 不采用真空抽滤方式, PLA 超细纤维自然沉积落入非织造材料纤维间孔内, 即抽滤时间为 0 的情况下, 复合吸声材料整体吸声性能随着 PLA 超细纤维固含量的提升

先增大后减小，吸声系数曲线逐渐向左移动，这是因为超细纤维固含量的提升增大了复合材料气凝胶层的厚度，声波进入复合材料后，气凝胶层厚度的增加影响声波更加频繁的与超细纤维碰撞，声波穿越气凝胶层的过程时间越长，纤维间缠结形成的孔与纤维上的纳米孔可以更多的将声能转化为热能消耗^[84]；同时超细纤维固含量也会影响沉积层的厚度，0.1 wt.%固含量下如图 4-3(a₁)所示，较低的超细纤维固含量导致复合材料几乎没有沉积层，沉积层中纤维缠结紧密，超细纤维固含量较低时，沉积层中纤维上的孔洞可以吸收消耗声能，因此相较于 0.1 wt.% 固含量 0.3 wt.%固含量下复合材料在高频时吸声系数从 0.73 提升至 0.98；而沉积层的不断堆叠影响超细纤维间孔的总体面积，且纤维上纳米孔会在堆叠中出现堵塞或塌陷等情况，固含量的增加不断堆叠的沉积层孔隙率逐渐降低，不利于材料高频吸声，因此沉积层厚度过高会减小复合材料吸声性能；另外沉积层厚度的提升提高了中频频率下吸声性能，如图 4-4(a)1.0 wt.%固含量时复合材料中频吸声性能要优于其他超细纤维含量，1000 Hz 时吸声系数为 0.32，0.7 wt.%固含量其次，1000 Hz 时吸声系数为 0.22。整体吸声性能比较，不采用真空抽滤的情况下，0.7 wt.%超细纤维固含量时复合材料吸声性能最优，4000 Hz 时吸声系数最高，达到 0.96。

经过真空抽滤处理后复合材料更易出现沉积层，超细纤维在真空抽滤时压力作用下不断被挤压进非织造材料孔内，相较于不采用真空抽滤方式下，纤维间缠结更加频繁，沉积层厚度增加，气凝胶层厚度减小。在相同抽滤时间下，复合材料吸声系数随着超细纤维固含量的提升同样呈现先增大后减小的现象，且吸声系数曲线同样向左移动。对比与不采用真空抽滤后的复合材料，二者区别主要在于沉积层的厚度，如图 4-3(a₂)中 0.1 wt.%固含量时，复合材料在抽滤后形成沉积层，但由于固含量较低，孔洞堵塞情况较低，同时还加强了纤维间的缠结，纤维间空气的振动能够更好的吸收声能，因此随着固含量的提升，0.3 wt.%固含量吸声性能提升效果要略低于未抽滤处理下^[85]。综合各抽滤时间后复合材料吸声性能比较，在超细纤维固含量为 0.7 wt.%时，复合材料吸声性能最优，这是因为抽滤方式处理后主要影响材料中沉积层的厚度，而沉积层的过大会减小材料高频吸声性能，因此随着超细纤维固含量的增多复合材料吸声性能先增大后减小。

表 4-2 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料的结构特征及吸声系数

Tab 4-2 Structural characteristics and sound absorption coefficients of PLA fiber aerogel/needle-punched nonwoven acoustic composites

PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料	厚度/mm	孔隙率/%	平均吸声系数
PLA _{0.1-0}	7.0	99.48%	0.18
PLA _{0.1-20}	7.6	99.26%	0.21
PLA _{0.1-40}	7.0	99.55%	0.21
PLA _{0.1-60}	7.5	99.36%	0.21
PLA _{0.1-90}	7.3	99.53%	0.22
PLA _{0.3-0}	6.7	99.55%	0.20
PLA _{0.3-20}	6.7	99.44%	0.26
PLA _{0.3-40}	8.0	99.50%	0.28
PLA _{0.3-60}	6.7	99.54%	0.23
PLA _{0.3-90}	6.0	99.39%	0.22
PLA _{0.5-0}	7.6	99.46%	0.22
PLA _{0.5-20}	7.6	99.46%	0.28
PLA _{0.5-40}	6.1	99.45%	0.26
PLA _{0.5-60}	6.1	99.60%	0.27
PLA _{0.5-90}	7.3	99.41%	0.27
PLA _{0.7-0}	9.4	99.39%	0.32
PLA _{0.7-20}	9.2	99.47%	0.32
PLA _{0.7-40}	8.4	99.55%	0.31
PLA _{0.7-60}	9.0	99.39%	0.33
PLA _{0.7-90}	7.3	99.24%	0.30
PLA ₁₋₀	8.5	99.46%	0.32
PLA ₁₋₂₀	6.9	99.10%	0.30
PLA ₁₋₄₀	6.9	99.38%	0.29
PLA ₁₋₆₀	7.7	99.33%	0.30
PLA ₁₋₉₀	7.4	99.33%	0.31

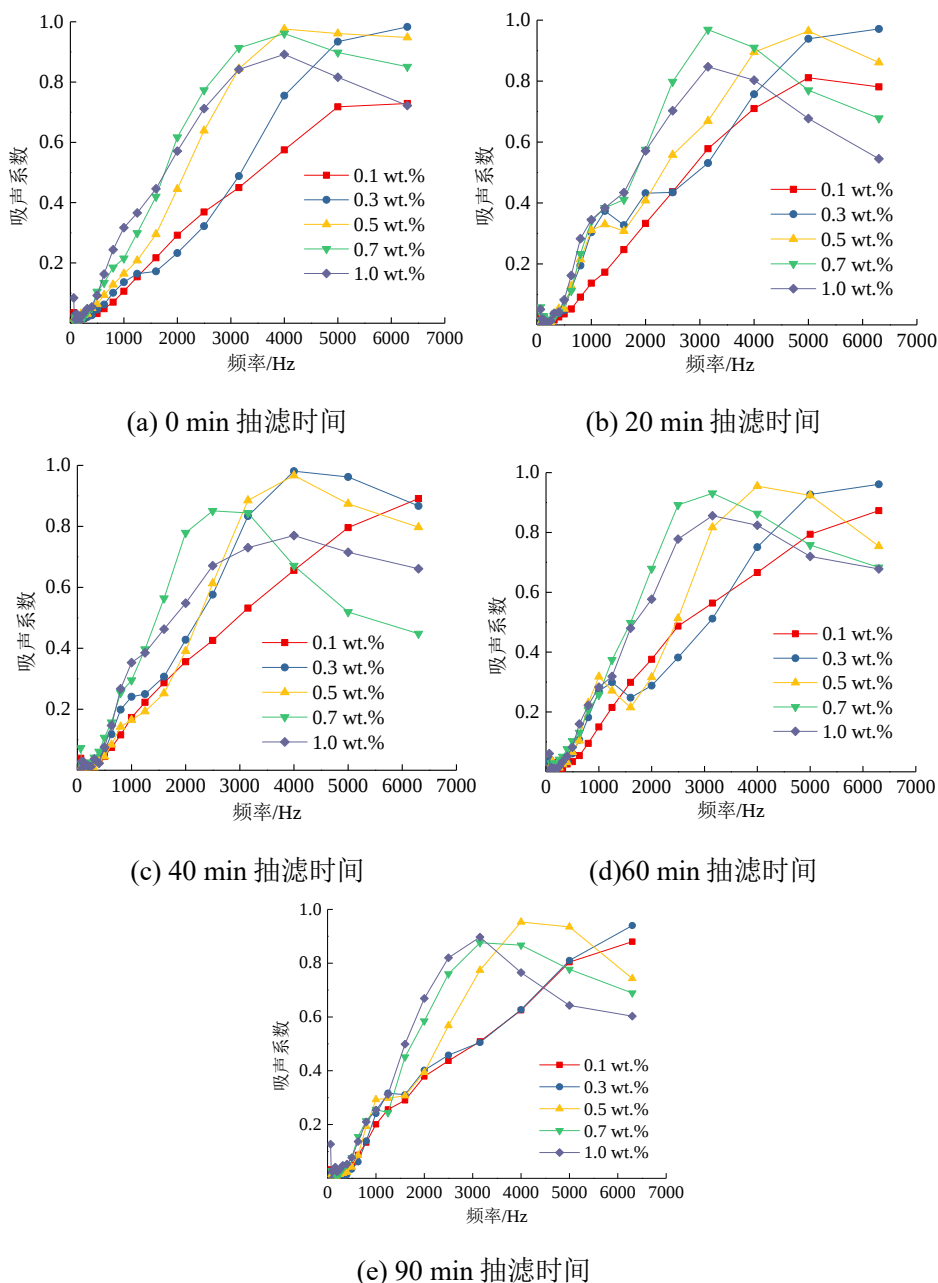


图 4-4 不同 PLA 超细纤维固含量时各抽滤时间下复合吸声材料吸声系数

Fig.4-4 Absorption coefficients of acoustic composites with different solid content of PLA microfibers at different filtration time

4.3.3 抽滤时间对复合材料吸声性能影响

固定超细纤维固含量，抽滤时间影响复合材料中沉积层及气凝胶层的厚度，且抽滤时间的增加使超细纤维更多的进入非织造材料孔内，非织造材料厚度也随之变化。如图所示，复合材料各频率下吸声系数随着抽滤时间的增加在不同超细纤维固含量下有所不同，在 0.1 和 0.3 wt.%固含量下，吸声性能随着抽滤时

间的增加先增大后减小；在 0.5、和 0.7 wt.%固含量下，吸声性能随着抽滤时间的增加先减小后增大再减小；在 1.0 wt.%固含量下，吸声性能随着抽滤时间的增加先减小后增大。

在超细纤维固含量较少时，如图 4-5(a)、(b)所示，真空抽滤处理后复合材料内的沉积层厚度虽不断增大，但由于超细纤维固含量较少且抽滤时间短导致纤维缠结紧密但沉积层较薄，纤维间孔洞与超细纤维上孔洞挤压不完全，进而增加了复合材料孔隙率，声波在传递过程能量损失增多，复合材料吸声性能增大；而抽滤时间过长时，复合材料中气凝胶层中纤维逐渐被挤压至沉积层中，且超细纤维更多的进入非织造材料孔内，导致复合材料中气凝胶层厚度减小，沉积层厚度增加，非织造材料层厚度减小，材料中整体的吸声单元厚度减小，因此复合材料吸声性能先增大后减小。

当超细纤维固含量较多时，如图 4-5(e)所示在不真空抽滤处理下，即抽滤时间为 0 min，复合材料中沉积层薄，气凝胶层超细纤维可以充分吸收消耗声能；随着抽滤时间增加，气凝胶层厚度减小，沉积层厚度增加，非织造材料层厚度减小，复合材料吸声性能降低；抽滤时间不断增加，沉积层中超细纤维在压力作用下堆叠挤压，非织造材料纤维间孔在持续堆叠挤压下堵塞，沉积层上朝向非织造材料的表面在超细纤维的堆叠中孔洞逐渐减少直到完全堵住，真空抽滤作用环境被分割，气凝胶层中叔丁醇不再受气压影响向下流动，超细纤维因此堆叠挤压在沉积层上，且随着沉积层一侧的完全堵塞，另一侧沉积层表面超细纤维重新回到气凝胶层中，因此气凝胶层厚度增加，沉积层厚度减小，非织造材料层厚度不变，复合材料吸声性能增加。

但随着时间的增加，相较于最高超细纤维固含量 1.0 wt.%，0.5 和 0.7 wt.%超细纤维固含量下复合材料吸声性能则有所变化，如图 4-5(c)、(d)所示。沉积层堵塞表面上的超细纤维可能在压力作用下脱离沉积层进入非织造材料层中，堵塞的表面重新打开缺口，气凝胶层中超细纤维受叔丁醇溶液流动的影响继续堆叠挤压在沉积层上，导致气凝胶层厚度减小，沉积层厚度增加，非织造材料层厚度减小，复合材料吸声性能再次降低。

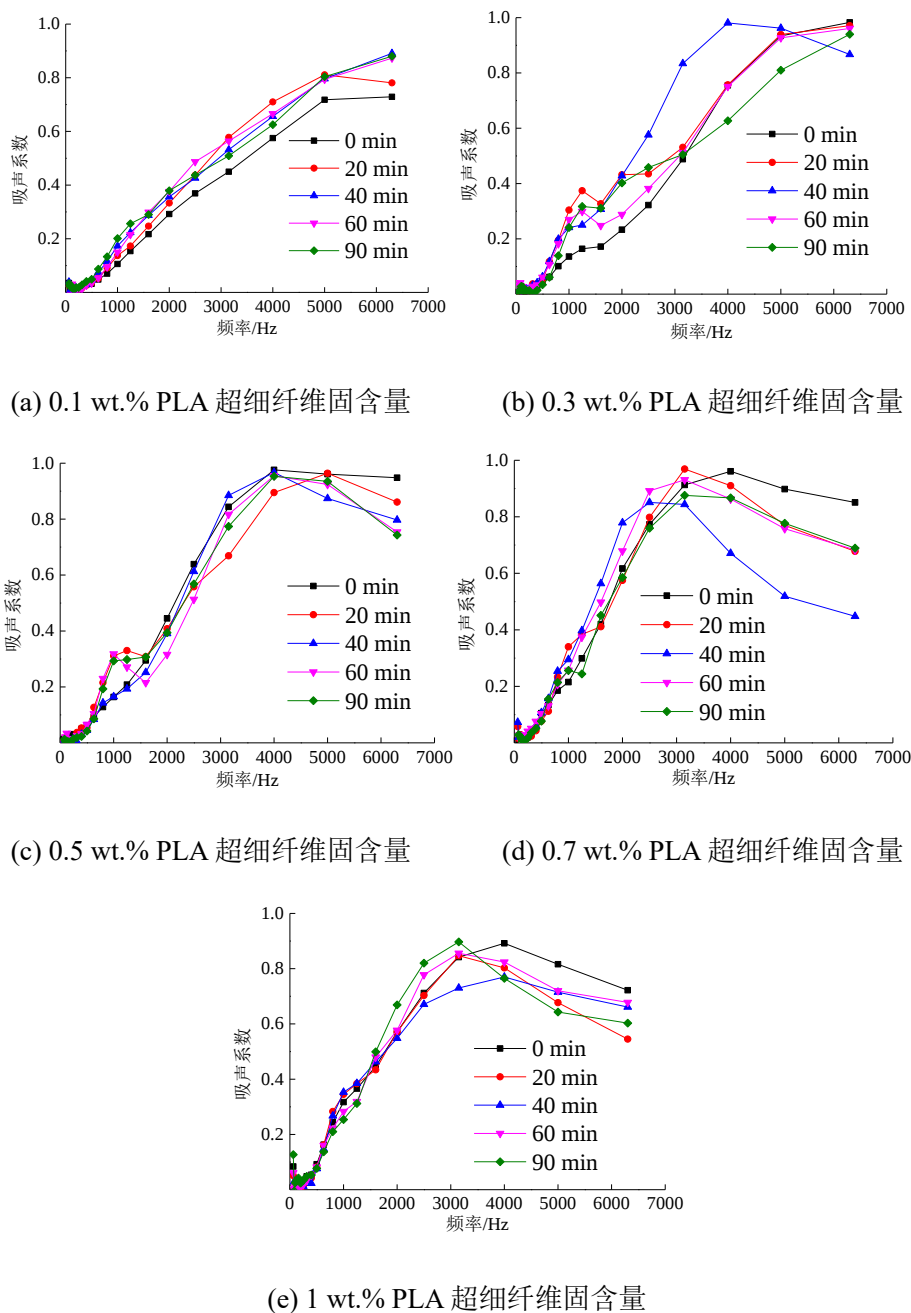


图 4-5 不同抽滤时间时各 PLA 超细纤维固含量下复合吸声材料吸声系数

Fig.4-5 Acoustic composites absorption coefficients at different pumping times for each PLA microfiber solid content

4.4 本章小结

(1) PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料制备时，均质分散时间控制为 30 min 或以上，均质分散处理后 PLA 超细纤维长度半数低于非织造材料孔径，加强超细纤维与非织造材料纤维间的缠结，增强复合材料物理结构。PVA 溶液在 0.02 wt.% 含量下从未加固的复合材料侧面加入浸润可以避免气凝胶层表面堵

塞，且该质量分数下 PVA 溶液的加入在冷冻干燥处理后不会堵塞超细纤维上纳米孔，又能够加固超细纤维间物理结构，进一步提升复合材料物理结构稳定。

(2)PLA 超细纤维固含量主要影响复合吸声材料中气凝胶层及沉积层的厚度，随着超细纤维固含量的提升，相同抽滤时间下，PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料吸声性能随之先增大后减小；抽滤时间影响气凝胶层、沉积层与非织造材料层的厚度，随着抽滤时间的增加，不同固含量下复合材料吸声性能有所不同，在超细纤维固含量较少时，PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料吸声性能随着抽滤时间的增加先增大后减小；在超细纤维固含量适中时，复合材料吸声性能随着抽滤时间的增加先减小后增大再减小；在超细纤维固含量较多时，复合材料吸声性能随着抽滤时间的增加先减小后增大。

第 5 章 结论与展望

5.1 结论

本文以 PLA 为原料, 采用针刺工艺, 静电纺丝技术, 三维网络重构法和真空抽滤, 制备聚乳酸针刺非织造材料、聚乳酸超细纤维/非织造复合吸声材料和聚乳酸气凝胶/非织造复合吸声材料, 分别对三类材料的微观结构、吸声性能进行测试分析, 研究环境友好型材料-聚乳酸在不同结构下对吸声性能的影响, 得到的主要结论如下:

(1)制备 PLA 针刺非织造吸声材料时, 不同的材料面密度下, 高面密度的材料中纤维间缠结紧密, 使纤维之间的结构更加紧密, 能有效将声波转化为热能消耗掉; 针刺深度则影响钩针带动纤维的数量和距离, 较大的针刺深度能增强纤维之间的相互缠绕, 增加产品强度, 但若过大则会导致纤维断裂增加, 降低产品强度和吸声系数。当面密度为 300 g/m^2 , 调控针刺道数为 8 道, 针刺深度为 5 mm, 6300Hz 下吸声系数可达 0.56, 平均吸声系数 0.13。其中。此研究结果可为制备具有良好吸声性能的针刺非织造材料提供参考。

(2)室温环境下, 调控环境湿度为 70 %RH、纺丝电压为 15kV、纺丝速率为 1.0 mL/h、纤维膜收集距离 15 cm, 在 CF:DMF 溶剂比为 8:2、PLA 含量为 12 wt.% 时, 通过静电纺丝制备 PLA 超细多孔纤维, 可以有效提高复合材料的吸声性能。多孔纤维膜的特殊结构使得声波在纳米孔中反复碰撞摩擦, 与非织造材料形成三维立体多孔吸声结构, 从而提升复合材料的声学性能。此外, 通过延长纺丝时间增加超细纤维膜的厚度也有助于提高复合材料的声学性能。与针刺非织造材料相比, PLA_{MZMZ} 双层针刺非织造材料加超细纤维薄膜的结构能够达到三层针刺无纺布的声学性能, 同时, 改变复合材料的堆叠结构还可以改变吸收的声频, 以满足更多的实际需求。

(3)在制备 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合吸声材料时, 需要控制均匀分散的时间在 30 min 以上以保证 PLA 超细纤维的长度多半低于无纺布材料的孔径, 从而增强了超细纤维与非织造材料之间纤维的缠结, 加强了复合材料的物理结

构。此外，0.02 wt.%含量的PVA溶液，在冷冻干燥处理后不会堵塞超细纤维上的纳米孔，并能加固超细纤维之间的物理结构，进一步增强了复合材料物理结构的稳定性。

PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布复合材料的吸声性能随着超细纤维固含量的增加呈现先增大后减小的趋势。过滤时间对复合材料的声学性能也有影响，不同固含量下，过滤时间的增加会导致复合材料的声学性能变化不同。当超细纤维固含量较少时，随着过滤时间的增加，复合材料的声学性能先增加后降低。当超细纤维固含量适中时，复合材料的声学性能随着过滤时间的增加先降低后升高再降低。当超细纤维固含量较多时，复合材料的声学性能随着过滤时间的增加先降低后升高；在 2000-6300 Hz 声频中，各复合材料吸声系数峰值均可达 0.8，最高吸声系数峰值为 0.98，平均吸声系数随着 PLA 纤维固含量提升稳定在 0.3 左右。针对不同声学环境，可应用在电影院、音响室、歌舞厅、城市交通等领域。

5.2 展望

本论文研究了 PLA 不同结构下单一材料或复合材料吸声性能，探究了 PLA 非织造材料的制备工艺，分析了 PLA 超细纤维的制备与形貌调控，明晰了 PLA 复合材料微纳米孔梯度结构在不同结构对吸声性能的影响。基于目前的研究，我认为本论文在以下两方面还有待开展深入研究：

(1)在制备 PLA 超细纤维时，溶液组分与纺丝工艺对纤维形貌都有一定影响，如何控制各种影响因素，精确调控纤维上纳米孔结构与大小，对多孔超细纤维的制备和复合材料吸声性能有着积极重大的作用。

(2)在制备 PLA 纤维气凝胶/针刺非织造布吸声材料时，PLA 超细纤维的固含量影响复合材料中超细纤维与非织造材料纤维缠结形成的沉积层厚度，沉积层的厚度影响着复合材料吸声性能，如何更好的调控沉积层的形成与厚度对气凝胶/非织造复合材料吸声性能有着重大意义，并在此基础上利用该复合材料多孔结构，深入挖掘其在更多领域上的应用潜能。

参考文献

- [1] 盖晓玲,朱亦丹,赵佳美等.吸声材料的研究进展[J].中国环保产业,2022,(06):43-46.
- [2] Beheshti M H, Khavanin A, Safari Varyani A, et al. Improving the sound absorption of natural waste material-based sound absorbers using micro-perforated plates[J]. Journal of Natural Fibers, 2022, 19(13): 5199-5210.
- [3] Zieliński T G, Dauchez N, Boutin T, et al. Taking advantage of a 3D printing imperfection in the development of sound-absorbing materials[J]. Applied Acoustics, 2022, 197: 108941.
- [4] 林希宁. 玄武岩纤维制备吸音/隔音复合材料的研究[D]. 广州:广东工业大学, 2012
- [5] Liu M, Wang X, Xin F. Sound absorption of acoustic resonant absorbers with rough oblique perforations[J]. Applied Acoustics, 2024, 217: 109828.
- [6] 南田田,孟玲宇,费春东等.降噪材料的研究进展与发展趋势[J].纤维复合材料,2020,37(02):68-73+25.
- [7] 吴佳康,柳政卿,王秋成.复合微穿孔板吸声结构声学性能预测[J].噪声与振动控制,2022,42(03):203-208.
- [8] Qi L, Xu J, Liu K. Porous sound-absorbing materials prepared from fly ash[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2019, 26: 22264-22272.
- [9] 李海涛,朱锡,石勇等.多孔性吸声材料的研究进展[J].材料科学与工程学报,2004(06):934-938.
- [10] 熊康,杨啟梁,胡溧.低污染汽车聚氨酯泡沫设计与吸声性能研究[J].材料导报,2022,36(05):211-215.
- [11] 钟祥瑞.吸声泡沫玻璃的材料特性及其吸声性能的提高[J].电声技术,2010,34(08):4-8.
- [12] 白攀峰,柏林元,何山,等.常用吸声材料及吸声机理[J].山西化工,2018,38(3): 40-42.
- [13] Ning J, Li Y. Dynamic flow resistivity and sound absorption of compressed fibrous

- porous materials: Experimental and theoretical[J]. *Physics of Fluids*, 2020, 32(12).
- [14] 席满意,周艳青,伍家卫等.多功能纤维材料的发展与展望[J].*科技资讯*,2022,20(06):25-27.
- [15]谭启飞,陈梦莹,马晟晟等.湖羊毛非织造阻燃吸声材料的制备及其性能[J].*纺织学报*,2023,44(05):147-154.
- [16]王天琪. 合成纤维的耐碱性能研究[D].扬州大学,2020.
- [17]臧传锋,姚子川,任煜等.涤纶非织造吸声材料的吸声性能研究[J].*棉纺织技术*,2015,43(06):6-9.
- [18] 于长帅,罗忠,骆海涛等.多孔吸声材料声学模型及其特征参数测试方法研究进展[J].*材料导报*,2022,36(04):226-236.
- [19] 李玉,温华兵,赵震宇等.多孔泡沫吸声材料微结构对声学特性的影响分析[J].*噪声与振动控制*,2022,42(06):66-72.
- [20] 王艳芝.静电纺丝技术发展简史及应用[J].*合成纤维工业*,2018,41(04):52-57.
- [21] 杜琳,陈文杰,桂思等.静电纺丝纳米纤维制备技术应用研究进展[J].*轻纺工业与技术*,2022,51(06):110-113.
- [22] 马胜男, 刘新金, 谢春萍, 等. 聚丙烯腈静电纺纳米纤维膜及其层合材料的吸声性能[J]. *丝绸*, 2020, 57(11): 13-19.
- [23] 高冰. 改性静电纺 PVA 纳米纤维毡吸声性能的探究[D]. 苏州大学.2017.
- [24] Elkasaby M A, Utkarsh U, Syed N A, et al. Evaluation of electro-spun polymeric nanofibers for sound absorption applications[C]//AIP Conference Proceedings. AIP Publishing, 2020, 2205(1).
- [25] Yang P, Ghosh S, Xia T, et al. Joule Heating and mechanical properties of epoxy/graphene based aerogel composite[J]. *Composites Science and Technology*, 2022, 218: 109199.
- [26] Yin G Z, Yang X M, López A M, et al. PLA aerogel as a universal support for the typical organic phase change energy storage materials[J]. *Journal of Energy Storage*, 2023, 73: 108869.
- [27] 李明星,谢慧红,李帅等.高疏水型纤维素纳米纤/聚乳酸杂化气凝胶用于高效油水分离[J].*高分子材料科学与工程*,2022,38(08):104-112.

- [28] 李帅.基于纤维素凝胶的太阳能水蒸发器的结构设计及其性能研究[D].桂林理工大学,2021.
- [29] Yang X M, Zhou M H, Arévalo P R, et al. Chitosan incorporation for improving the dimensional stability of PLA aerogel encapsulated phase change materials[J]. *Materials Letters*, 2023, 351: 135050.
- [30] 周舒毅, 朱敏, 刘忆颖, 等. 高分子止血材料研究进展[J]. *中国塑料*, 2022, 36(7): 74.
- [31] 孙静, 刘一鸣, 仲亚等.气凝胶薄膜材料的制备与应用研究进展[J].*现代化工*,2024,44(02):37-41.
- [32] 张俊, 游峰. 海藻酸钠/蒙脱土气凝胶的制备及其吸声性能的研究[J]. *胶体与聚合物*, 2022. 40(02): p. 71-73.
- [33] 唐桂江, 陈雅娜, 卢虹, 等. 聚乙烯醇/纤维素复合气凝胶材料的制备及其声学性能[J]. *胶体与聚合物*, 2022, 40(01): 8-11.
- [34] Lou C W, Zhou X, Liao X, et al. Sustainable cellulose-based aerogels fabricated by directional freeze-drying as excellent sound-absorption materials[J]. *Journal of Materials Science*, 2021, 56: 18762-18774.
- [35] 刘杨, 霍又嘉, 杜元开, 等.吸声材料制备, 性能研究进展[J].*功能材料*, 2022(02):053.
- [36] Stefaniak, K.; Masek, A. Green Copolymers Based on Poly(Lactic Acid)—Short Review[J]. *Materials*, 2021, 14, 5254.
- [37] 王婧,崔反东.聚乳酸的合成及应用研究[J].*江西化工*,2023,39(04):5-8.
- [38] Jem K J, Tan B. The development and challenges of poly (lactic acid) and poly (glycolic acid)[J]. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 2020, 3(2): 60-70.
- [39] Zhao X, Zhang D, Yu S, et al. Recent advances in compatibility and toughness of poly (lactic acid)/poly (butylene succinate) blends[J]. *e-Polymers*, 2021, 21(1): 793-810.
- [40] 陈丽雅,李璇,高灿,等.聚乳酸微塑人体无害化研究[J].*纺织科学与工程学报*,2023,40(03):50-54+28.

- [41] 唐红明.聚乳酸复合材料增韧改性研究[D].长春工业大学,2023.
- [42] 李昊晨,张祥,龙云瑞等.聚乳酸耐热改性的研究进展[J/OL].高分子通报,1-12[2024-03-04].
- [43] 何俊毅.聚乳酸的微生物合成代谢研究[D].淮阴工学院,2023.
- [44] Rezvani Ghomi E, Khosravi F, Saedi Ardahaei A, et al. The life cycle assessment for polylactic acid (PLA) to make it a low-carbon material[J]. *Polymers*, 2021, 13(11): 1854.
- [45] Ilyas R A, Sapuan S M, Harussani M M, et al. Polylactic acid (PLA) biocomposite: Processing, additive manufacturing and advanced applications[J]. *Polymers*, 2021, 13(8): 1326.
- [46] 刘文涛,徐冠桦,段瑞侠等.聚乳酸改性与应用研究综述[J].包装学报,2021,13(02):3-13+19.
- [47] 汪晓鹏,连钦,李文磊等.绿色生物降解塑料聚乳酸的研究进展[J].西部皮革,2021,43(07):8-10.
- [48] 李浩宇,张伟,冯凯等.聚乳酸纤维的制备工艺及应用现状[J].纺织科学与工程学报,2023,40(03):133-138.
- [49] Sun M, Lu S, Zhao P, et al. Scalable preparation of complete stereo-complexation polylactic acid fiber and its hydrolysis resistance[J]. *Molecules*, 2022, 27(21): 7654.
- [50] Zhou X, Wu M, Fu L, et al. A facile preparation process of polyhexamethylene biguanide/cellulose/polylactic acid fiber composite antibacterial paper[J]. *Industrial Crops and Products*, 2023, 191: 115980.
- [51] Chin Vui Sheng D D, Yahya M N B, Che Din N B. Sound absorption of microperforated panel made from coconut fiber and polylactic acid composite[J]. *Journal of Natural Fibers*, 2022, 19(7): 2719-2729.
- [52] Agirgan M, Agirgan A O, Taskin V. Investigation of thermal conductivity and sound absorption properties of rice straw fiber/polylactic acid biocomposite material[J]. *Journal of Natural Fibers*, 2022, 19(16): 15071-15084.
- [53] 张书诚.基于废弃聚苯硫醚滤料的吸音隔音复合材料的制备与性能研究[D].安徽工程大学,2022.

- [54] 周豪,于龙.噪音扰民警情处置问题探析[J].中共青岛市委党校.青岛行政学院学报,2021,(05):96-101.
- [55] Yao T, Chen X, Li J, et al. Significantly improve the interlayer and in-plane properties of needled fabrics by novel none-felt needling technology[J]. Composite Structures, 2021, 274: 114303.
- [56] 吴彤, 于伟东, 郑永红等. 纤维形态对针刺非织造布吸声系数的影响[J].声学技术, 2015, 34(01):68-74.
- [57] 潘招银, 蔡培展. 聚乳酸:让微生物降解塑料[J].广州化工, 2019(5):2.
- [58] 李方, 程浩南. 聚乳酸纤维的性能、应用及发展方向[J].产业用纺织品, 2018, 36(10):4.
- [59] 王喜花, 刘涛, 黄丽, 等. 静电纺丝技术制备复合纳米纤维电磁屏蔽及吸波材料的研究进展[J].复合材料学报, 2023, 40(3):1300-1310.
- [60] 刘力菲, 李伟, 黄潇楠. 静电纺丝纳米纤维的制备与应用[J].首都师范大学学报(自然科学版), 2017, 38(01):58-63.
- [61] Ahankari S, Paliwal P, Subhedar A, et al. Recent developments in nanocellulose-based aerogels in thermal applications: a review[J]. ACS nano, 2021, 15(3): 3849-3874.
- [62] 彭敏,赵晓明.纤维类吸声材料的研究进展[J].材料导报, 2019, 33(21).
- [63] CHO Y S, LEE H J. Fabrication of Porous Silica Fibers by Electrospinning for Sound Absorbing Materials[J]. Archives of Metallurgy and Materials, 2018.
- [64] GB/T 24218.1-2009, 纺织品 非织造布试验方法 第1部分: 单位面积质量的测定[S].
- [65] GB/T 24218.2-2009, 纺织品 非织造布试验方法 第2部分: 厚度的测定[S].
- [66] 潘蕾蕾,范硕,王宇轩等.吸声隔音功能纺织材料的研究现状及进展[J].现代纺织技术,2023,31(06):216-225.
- [67] Messiry M E, Al-Oufy A K, Ayman Y, et al. Statistical analysis of the effect of processing machine parameters on acoustical absorptive properties of needle-punched nonwovens[J]. Journal of Engineered Fibers and Fabrics, 2023, 18: 15589250231155623.
- [68] Yu Y, Zhao G, Ren S, et al. Layout optimization of porous sound-absorbing

material in mid-frequency vibro-acoustic systems[J]. *Journal of Fluids and Structures*, 2021, 100: 103197.

[69] 齐中华, 俞昊, 张瑜, 等. 三氯甲烷/乙醇混合溶剂对聚乳酸电纺成形影响的研究[J]. *合成纤维*, 2009 (3): 40-44.

[70] Sharma D, Satapathy B K. Optimization and physical performance evaluation of electrospun nanofibrous mats of PLA, PCL and their blends[J]. *Journal of Industrial Textiles*, 2022, 51(4_suppl): 6640S-6665S.

[71] 陈艳, 施晓松, 徐超, 等. 静电纺丝制备聚己内酯载药纤维工艺参数研究[J]. *工程塑料应用*, 2021, 49(2): 67-73.

[72] Qi Z, Yu H, Chen Y, et al. Highly porous fibers prepared by electrospinning a ternary system of nonsolvent/solvent/poly (l-lactic acid)[J]. *Materials Letters*, 2009, 63(3-4): 415-418.

[73] Yalcinkaya F. A review on advanced nanofiber technology for membrane distillation[J]. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 2019, 14: 1558925018824901.

[74] 王慧, 刘新懿, 王伟, 等. 静电纺特殊形貌纳米纤维的应用研究进展[J]. *化工进展*, 2022, 41(8): 4341-4356.

[75] 卓丽云, 朱自明, 郑高峰. 环境温湿度对静电纺丝稳定喷射的影响[J]. *工程塑料应用*, 2020, 48(3): 61-65

[76] Liu Y, Jing C, Liu D, et al. Research on high quality nanofiber electrospinning manufacturing system: detecting method of Taylor-cone and Fiber diameter Control Strategy[J]. *Przegląd Elektrotechniczny*, 2012, 88(9B): 17-21.

[77] Topuz F, Uyar T. Electrospinning of cyclodextrin nanofibers: The effect of process parameters[J]. *Journal of Nanomaterials*, 2020, 2020: 1-10.

[78] Li L, Dong F, Gang X, et al. Analysis on the influence factors of the acoustic absorption performance of porous fiber materials[J]. *International Journal of Modeling, Simulation, and Scientific Computing*, 2021, 12(01): 2150002.

[79] 周冷卉, 曾佩, 鲁瑶等. 聚乙烯醇纳米纤维膜/罗纹空气层织物复合吸声材料的制备及其性能[J]. *纺织学报*, 2023, 44(03): 73-78.

[80] Qian Y, Guo Z, Li N, et al. Composite Sound-Absorbing Materials Using

Electrospun PS Fibrous Membranes and Needle-Punched PET Non-Woven Fabrics[J].
Journal of Fiber Science and Technology, 2022, 78(1): 18-27.

[81] 张慧洁,刘超,李翔等.低频吸声复合结构的研制与性能研究[J].噪声与振动控制,2021,41(05):236-240..

[82] 张鹏,杨自春,张震等.二氧化硅气凝胶及其复合材料吸声性能的研究进展[J].稀有金属材料与工程,2022,51(11):4306-4322.

[83] 南静静,支超,何小祎等.3D 织物/气凝胶多功能复合材料的制备与性能分析[J].西安工程大学学报,2022,36(05):1-7.

[84] Rusli M, Rahman F, Dahlan H, et al. Sound Absorption Characteristics of a Single Micro-Perforated Panel Backed by a Natural Fiber Absorber Material[J]. Solid State Phenomena, 2020, 307: 291-296.

[85] 曹海琳,丁莉,李丹.纤维多孔材料的吸声性能分析与优化[J].电声技术,2022,46(12):14-20.

[86] 赵毅. 多孔材料吸声性能仿真分析与优化[D].重庆大学,2019.

攻读学位期间发表的论文目录

发表的论文

1. 孙少阳, 申莹, 王容容, 徐珍珍, 邢剑. 静电纺聚乳酸纳米纤维的制备及其孔结构调控[J]. 中国塑料, 2023, 37(04): 67-73.
2. 孙少阳, 胡顺杰, 徐珍珍, 邢剑. PLA 超细纤维/非织造吸声材料的制备及性能[J]. 工程塑料应用, 2024, 52(03): 57-63.
3. Xing J, Sun S, Zhang S, Xu Z, Ke H. Preparation and sound absorption properties of multi-layer composites formed by waste polyphenylene sulfide filters[J]. Textile Research Journal. 2023, 93(21-22): 4953-4970.

获得的荣誉奖项

1. 第十届“金三发·兰精·安德里茨”杯全国大学生非织造材料开发与应用大赛获得三等奖，作品名称：《可降解多尺度孔径纤维基吸音复合材料》（负责人）；
2. 第十一届“金三发·当盛”杯全国大学生非织造材料开发与应用双创大赛获得三等奖，作品名称：《绿色环保吸油毡-废弃羽绒/聚乳酸纤维复合非织造材料》（负责人）

致谢

时光荏苒，我即将结束在安徽工程大学的研究生生涯。回首这段旅程，我感慨万千，收获颇丰，结识了许多可爱而值得尊敬的人。在这里，我要借着论文的篇幅，深深感谢那些在我求学道路上给予我支持和帮助的人们。

首先，我要衷心感谢我的导师邢剑副教授。您不仅是我的学术导师，更是我的人生导师。在我学术上遇到困难时，您总是耐心地给予我指导和支持，让我能够克服难关。当我在研究中遇到了自己无法解决的问题，您鼓励我勇敢面对挑战，为我提供了许多意外的解决思路的乐趣和挑战，也让我对学术研究充满了信心和热情。

其次，我要感谢徐珍珍教授，徐教授敏锐的洞察力、渊博的学识、严谨的治学态度以及精益求精认真负责的工作作风，都深深的感染和激励着我，我相信在以后的工作和在生活中我将会一生受用并且受益匪浅。在读研这三年时间里，徐教授给我创造了良好的学习和研究环境，并在生活上、思想上给予我很多帮助，我由衷的感谢她。

同时我要感谢申莹老师、刘峰老师，在学术上给予我指导和帮助，当我因为实验失败而感到沮丧，在组会讨论上老师们为我答疑解惑鼓励我不怕失败，让我感受到了团队的力量和温暖。在他们的帮助下，我重新振作起来，克服了困难，实验最终也成功进行。这种团队合作的精神和互相支持的氛围让我受益匪浅，也让我学会了更好地与人合作。

感谢我的同学们。实验室因为有了你们，实验探究时才有源源不断的活力和想法，学长学姐们对我关切帮助，我也会积极了解学弟学妹的困难并一起想办法解决，这让我感受到了责任和成长，深刻体会到了团队协作的重要性。

最后，我要感谢我的家人和朋友们。是你们在我最困难的时候给予我无限的支持和鼓励，让我始终坚持向前。当我因为学业和生活的压力而感到疲惫，家人们特意从老家赶来看望我，给我带来了温暖和力量。朋友们也在我最需要

帮助时伸出援手，让我感受到了友情的珍贵。在此，我要对你们表达最诚挚的感谢和最美好的祝福。

在此，我要对所有支持和帮助过我的人们表示最诚挚的感谢和最美好的祝福！愿我们在未来的道路上继续携手并肩，共同创造美好的明天！

谢谢！