



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103387746 A

(43) 申请公布日 2013. 11. 13

(21) 申请号 201210142168. 7

B29C 45/77(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 05. 09

B29C 45/78(2006. 01)

(71) 申请人 合肥杰事杰新材料股份有限公司

地址 230601 安徽省合肥市经济技术开发区
莲花路 2388 号

(72) 发明人 杨桂生 郭雪晴 孙利明

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司
31002

代理人 吴林松

(51) Int. Cl.

C08L 81/02(2006. 01)

C08L 77/06(2006. 01)

C08K 13/04(2006. 01)

C08K 7/14(2006. 01)

C08K 7/06(2006. 01)

B29C 47/92(2006. 01)

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于高分子材料技术领域,涉及一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料及其制备方法,该材料由包括以下重量份的组分制成:聚苯硫醚 25~56 份、聚酰胺 6610~35 份、碳纤维 15~25 份、玻璃纤维 15~25 份、抗氧化剂 0.5~0.7 份、润滑剂 0.7~1.2 份、偶联剂 1~1.5 份。本发明的 PPS/PA66 合金材料是由碳纤维来增加材料的导电性能,同时也不降低材料的力学性能,该材料在具有优异的力学性能同时也具有抗静电性能,由于纤维和复配以及 PA66 的加入使得材料具有较低的价格。

1. 一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:该材料由包含以下重量份的组分制成:

聚苯硫醚	25~56 份,
聚酰胺 66	10~35 份,
玻纤	15~25 份,
碳纤	15~25 份,
抗氧化剂	0.5~0.7 份,
润滑剂	0.7~1.2 份,
偶联剂	1~1.5 份。

2. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的聚苯硫醚或 / 和聚酰胺 66 为注塑级产品。

3. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的碳纤维为聚丙烯腈基碳纤维或沥青基碳纤维,优选为短切聚丙烯腈基碳纤维或短切沥青基碳纤维。

4. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的玻璃纤维为无碱长玻璃纤维或者短切玻璃纤维,优选为短切玻璃纤维。

5. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的抗氧化剂为酚类主抗氧化剂或磷酸酯类辅助抗氧化剂中的一种或一种以上,优选为抗氧化剂 ST3611、ST3615 或 412s。

6. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的润滑剂选自硅酮润滑剂、季戊四醇硬脂酸酯或改性乙撑双脂肪酸酰胺 TAF 中的一种或一种以上,优选为硅酮润滑剂或季戊四醇硬脂酸酯。

7. 根据权利要求 1 所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,其特征在于:所述的偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、 γ -巯丙基三甲基硅烷、氨乙基氨丙基三乙氧基硅烷、钛酸酯偶联剂异丙基三硬酯酸钛酸酯、双(二辛氧基焦磷酸酯基)乙撑钛酸酯或铝钛复合偶联剂中的一种或一种以上,优选为 γ -巯丙基三甲基硅烷和钛酸酯偶联剂异丙基三硬酯酸钛酸酯复配。

8. 一种权利要求 1-7 中任一所述的纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料的制备方法,其特征在于:该方法包括以下步骤:

(1) 将聚苯硫醚与聚酰胺 66 干燥;

(2) 将干燥过的 25~56 份聚苯硫醚、10~35 份聚酰胺 66, 0.5~0.7 份抗氧化剂、0.7~1.2 份润滑剂以及 1~1.5 份偶联剂混合均匀;

(3) 将步骤(2)中制得的混合物加入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 15~25 份碳纤和 15~25 份玻纤共混物,挤出冷却、干燥、切粒;

(4) 将制备的粒子在 100℃下干燥 4~6h 后注塑成型。

9. 根据权利要求 8 所述的制备方法,其特征在于:所述的干燥温度为 100℃,干燥时间 4~6 小时;

或所述的挤出机的温度为:一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为

270~280℃；

或所述的注塑成型是在注塑机中进行操作的,其注塑温度为:前段 260~280℃、中段 270~290℃、后段 270~290℃、喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa。

一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高分子材料技术领域,涉及一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 聚苯硫醚英文简称为 PPS,是一种综合性能优异的特种工程塑料,用量在工程塑料里排第六,仅在五大通用工程塑料之后。PPS 树脂具有优良的耐热性、耐化学性、电绝缘性、耐湿热性等优点,经过玻纤增强之后材料还具有优异的力学性能。但 PPS 的冲击强度低、韧性差;且熔体黏度大,加工性能不好,其成本也比较高,这些缺点限制了 PPS 在中端产品领域的应用。聚酰胺(PA)66 是五大工程塑料之一,广泛用于汽车、电子电器以及家电行业,特别是经过玻璃纤维增强改性后,可以明显的提高材料的刚性和韧性。PPS 与 PA 的溶度参数相近(PPS 为 12.5,PA66 为 12.7~13.6),两者相容性较好,工业上常使用 PA66 来增加 PPS 的韧性(中国专利 CN101134847)和降低成本。

[0003] 玻纤增强 PA66 和 PPS 材料的体积电阻率都大于 $10^{14}\text{ohm}\cdot\text{cm}$,在抗静电要求较高的环境中难以使用,因此 PPS 材料的抗静电研究成为重要的研究方向。由于 PPS 的加工温度较高,常用的抗静电剂无法在此加工温度下使用,而导电炭黑的加入会导致材料性能下降较多,中国专利 CN101921485A 公开了一种抗静电复配纤维增强 PPS 材料及其制备方法,材料同时具有优异的力学性能和一定的抗静电性;中国专利 CN101134847B 描述了一种 PPS/PA 复合材料及其制备方法,提高了材料冲击韧性并降低了材料的成本,但是该材料不具有抗静电性。

发明内容

[0004] 本发明的重点是通过碳纤维来提高复合材料的抗静电性能,使之可以满足较高的抗静电要求,通过玻纤以及 PA66 的选用来降低复合材料的成本。本发明还提供了该复合材料的制备方法。

[0005] 为实现上述目的,本发明的技术方案如下:

[0006] 一种纤维增强聚苯硫醚 / 聚酰胺合金材料,该材料由包含以下重量份的组分制成:

[0007] 聚苯硫醚(PPS) 25~56 份,

[0008] PA66 (聚酰胺 66) 10~35 份,

[0009] 玻纤 15~25 份,

[0010] 碳纤 15~25 份,

[0011] 抗氧剂 0.5~0.7 份,

[0012] 润滑剂 0.7~1.2 份,

[0013] 偶联剂 1~1.5 份。

[0014] 所述的 PPS 或 / 和 PA66 为注塑级产品。

[0015] 所述的碳纤维为聚丙烯腈基碳纤维或沥青基碳纤维,优选为短切聚丙烯腈基碳纤维或短切沥青基碳纤维。

[0016] 所述的玻璃纤维为无碱长玻璃纤维或者短切玻璃纤维,优选为短切玻璃纤维。

[0017] 所述的抗氧化剂为酚类主抗氧化剂或磷酸酯类辅助抗氧化剂中的一种或一种以上,优选为抗氧化剂 ST3611、ST3615(上海石化西尼尔化工科技有限公司生产)或 412s(利安隆(天津)化工有限公司生产)。

[0018] 所述的润滑剂选自硅酮润滑剂(GM-100)、季戊四醇硬脂酸酯(PETs)或改性乙撑双脂肪酸酰胺 TAF 中的一种或一种以上,优选为 GM-100 或 PETs。

[0019] 所述的偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷(KH560)、 γ -巯丙基三甲氧基硅烷(KH590)、氨乙基氨丙基三乙氧基硅烷(KH793)、钛酸酯偶联剂异丙基三硬酯酸钛酸酯(TTS)、双(二辛氧基焦磷酸酯基)乙撑钛酸酯(钛酸酯偶联剂 311)或铝钛复合偶联剂中的一种或一种以上,优选为 KH590 和偶联剂 TTS 复配。

[0020] 一种上述纤维增强聚苯硫醚/聚酰胺合金材料的制备方法,该方法包括以下步骤:

[0021] (1) 将 PPS 与 PA66 干燥;

[0022] (2) 将干燥过的 25~56 份聚苯硫醚(PPS)、10~35 份 PA66、0.5~0.7 份抗氧化剂、0.7~1.2 份润滑剂以及 1~1.5 份偶联剂混合均匀;

[0023] (3) 将步骤(2)中制得的混合物加入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 15~25 份碳纤和 15~25 份玻纤共混物,挤出冷却、干燥、切粒;

[0024] (4) 将制备的粒子在 100℃下干燥 4~6h 后注塑成型。

[0025] 所述的干燥温度为 100℃,干燥时间 4~6 小时。

[0026] 所述的注塑成型是在注塑机中进行操作的,其注塑温度为:一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃。

[0027] 所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃、中段 270~290℃、后段 270~290℃、喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa。

[0028] 本发明与现有技术相比,具有以下优点和有益效果:

[0029] 1、本发明的材料同时具有较好的抗静电性和优异的力学性能;

[0030] 2、采用 PPS/PA 合金材料以及纤维复配技术降低了材料的生产成本,PA66 的加入还提高了材料的韧性,其他力学性能并没有降低。

具体实施方式

[0031] 以下结合实施例对本发明作进一步的说明。

[0032] 实施例 1

[0033] (1) 称取干燥过的 25 份 PA66、25 份 PPS、25 份短切聚丙烯腈基碳纤维、25 份短切玻纤、0.5 份抗氧化剂 ST3615、0.7 份润滑剂 PETs、0.5 份润滑剂 GM-100、0.7 份偶联剂 KH590、0.8 份偶联剂 TTS;

[0034] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、ST3615、PETs、GM-100、KH590 和 TTS 混合均匀;

[0035] (3) 然后,进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 25 份短切聚丙烯腈基碳

纤维和 25 份玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0036] (4) 将得到的粒子在 100℃下干燥 4h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0037] 实施例 2

[0038] (1)称取干燥过的 56 份 PPS、14 份 PA、15 份短切沥青基碳纤维、15 份短切玻纤、0.7 份抗氧剂 ST3611、0.7 份润滑剂 PETs 以及 0.5 份 KH590 和 0.5 份 TTS;

[0039] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、ST3611、PETs、KH590 和 TTS 混合均匀;

[0040] (3)然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 15 份短切玻纤和 15 份短切沥青基碳纤维,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0041] (4) 得到的粒子在 100℃下干燥 6h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0042] 实施例 3

[0043] (1)称取干燥过的 42 份 PPS、18 份 PA66、20 份短切聚丙烯腈基碳纤维、20 份短切玻纤、0.6 份抗氧剂 412s、0.7 份润滑剂 PETs、0.3 份润滑剂 GM-100、0.6 份 KH590 以及 0.6 份 TTS;

[0044] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、412s、PETs、GM-100、KH590 以及 TTS 混合均匀;

[0045] (3) 然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 20 份短切聚丙烯腈基碳纤维和 20 份短切玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0046] (4) 将得到的粒子在 100℃下干燥 5h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0047] 实施例 4

[0048] (1)称取干燥过的 40 份 PPS、10 份 PA,25 份短切沥青基碳纤维、25 份短切玻纤、0.5 份抗氧剂 ST3615、0.7 份润滑剂 GM-100、0.5 份润滑剂 PETs 以及 0.6 份 KH590 和 0.9 份 TTS。

[0049] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、ST3615、PETs、GM-100、KH590、TTS 混合均匀;

[0050] (3) 然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 25 份短切沥青基碳纤维、25 份短切玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0051] (4) 将得到的粒子在 100℃下干燥 4h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前

段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0052] 实施例 5

[0053] (1)称取干燥过的 35 份 PA66、35 份 PPS,15 份短切聚丙烯腈基碳纤维、15 份短切玻纤、0.5 份抗氧化剂 ST3611、0.7 份润滑剂 PETs、0.5 份润滑剂 GM-100、0.4 份 KH590 以及 0.6 份 TTS;

[0054] (2)将上述称量好的 PA66、PPS、ST3611、PETs、GM-100、KH590、TTS 混合均匀后;

[0055] (3)然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 15 份短切聚丙烯腈基碳纤维、15 份短切玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0056] (4)将得到的粒子在 100℃下干燥 4h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0057] 实施例 6

[0058] (1)称取干燥过的 30 份 PA66、30 份 PPS,25 份短切沥青基碳纤维、15 份短切玻纤、0.7 份抗氧化剂 412s、0.7 份润滑剂 PETs 以及 0.3 份 KH590、0.7 份 TTS;

[0059] (2)将上述称量好的 PA66、PPS、412s、PETs、KH590、TTS 混合均匀;

[0060] (3)然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 25 份短切沥青基碳纤维、15 份短切玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0061] (4)将得到的粒子在 100℃下干燥 5h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0062] 实施例 7

[0063] (1)称取干燥过的 25 份 PPS、35 份 PA,17 份短切聚丙烯腈基碳纤维、23 份短切玻纤、0.6 份抗氧化剂 412s、0.9 份润滑剂 GM-100 以及 0.5 份 KH590、0.7 份 TTS;

[0064] (2)将上述称量好的 PA66、PPS、412s、GM-100、KH590、TTS 混合均匀后;

[0065] (3)然后进入双螺杆挤出机,在挤出机的侧喂料口加入 17 份短切聚丙烯腈基碳纤维、23 份短切玻纤,一区温度 220~250℃,二区温度 260~280℃,三区温度 270~280℃,四区温度 280~290℃,五区温度 280~290℃,六区温度 280~290℃,机头温度为 270~280℃,挤出冷却、干燥、切粒;

[0066] (4)将得到的粒子在 100℃下干燥 5h,注塑成型,所述的注塑成型的温度如下:前段 260~280℃,中段 270~290℃,后段 270~290℃,喷嘴 270~290℃,注射压力 50~100Mpa,具体性能见表 1。

[0067] 实施例 8

[0068] (1)称取干燥过的 37 份 PPS、23 份 PA66,22 份短切沥青基碳纤维、18 份短切玻纤、0.7 份抗氧化剂 ST 3615、0.9 份润滑剂 PETs 以及 0.5 份 KH590、0.7 份 TTS;

[0069] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、ST3615、PETs、KH590、TTS 混合均匀后；

[0070] (3) 然后进入双螺杆挤出机，在挤出机的侧喂料口加入 22 份短切沥青基碳纤维、18 份短切玻纤，一区温度 220~250℃，二区温度 260~280℃，三区温度 270~280℃，四区温度 280~290℃，五区温度 280~290℃，六区温度 280~290℃，机头温度为 270~280℃，挤出冷却、干燥、切粒；

[0071] (4) 将得到的粒子在 100℃ 下干燥 5h，注塑成型，所述的注塑成型的温度如下：前段 260~280℃，中段 270~290℃，后段 270~290℃，喷嘴 270~290℃，注射压力 50~100Mpa，具体性能见表 1。

[0072] 表 1 为实施例 1~8 的性能测试结果 (ISO)。

[0073] 表 1

[0074]

实施例 测试项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6	实施例 7	实施例 8
拉伸强度 (MPa)	193	145	162	185	150	161	158	155
弯曲强度 (MPa)	288	220	249	286	239	250	248	251
弯曲模量 (MPa)	13351	10087	10850	12950	10020	11320	11280	11060
缺口冲击强度 (KJ/m ²)	14	11	12	11	14	13	14	12
热变形温度 (°C, 1.82MPa)	256	259	259	259	258	257	256	258
体积电阻率 (ohm·cm)	2.3×10 ⁵	8.1×10 ⁶	7.5×10 ⁵	3.0×10 ⁵	6.9×10 ⁶	5.3×10 ⁵	3.2×10 ⁶	9.4×10 ⁵

[0075] 性能测试结果如表 1 所示，从以上数据可知，碳纤的加入可以明显的改善材料的抗静电性能，PA66 的加入改善了材料的力学性能。

[0076] 实施例 9

[0077] (1) 称取干燥过的 30 份 PPS、20 份 PA，18 份短切聚丙烯腈基碳纤维、20 份无碱长玻璃纤维、0.5 份抗氧剂 412s、1.0 份润滑剂 TAF 以及 1.3 份 KH560；

[0078] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、412s、TAF、KH560 混合均匀后；

[0079] (3) 然后进入双螺杆挤出机，在挤出机的侧喂料口加入 18 份短切聚丙烯腈基碳纤维、20 份无碱长玻璃纤维，一区温度 220~250℃，二区温度 260~280℃，三区温度 270~280℃，四区温度 280~290℃，五区温度 280~290℃，六区温度 280~290℃，机头温度为 270~280℃，挤出冷却、干燥、切粒；

[0080] (4) 将得到的粒子在 100℃ 下干燥 5h，注塑成型，所述的注塑成型的温度如下：前段 260~280℃，中段 270~290℃，后段 270~290℃，喷嘴 270~290℃，注射压力 50~100Mpa。

[0081] 实施例 10

[0082] (1) 称取干燥过的 50 份 PPS、15 份 PA，20 份短切沥青基碳纤维、20 份无碱长玻璃纤维、0.5 份抗氧剂 412s、1.0 份润滑剂 TAF 以及 1.5 份 KH793；

[0083] (2) 将上述称量好的 PA66、PPS、412s、TAF、KH793 混合均匀后；

[0084] (3) 然后进入双螺杆挤出机，在挤出机的侧喂料口加入 20 份沥青基碳纤维、20 份无碱长玻璃纤维，一区温度 220~250℃，二区温度 260~280℃，三区温度 270~280℃，四区温度 280~290℃，五区温度 280~290℃，六区温度 280~290℃，机头温度为 270~280℃，挤出冷却、干燥、切粒；

[0085] (4) 将得到的粒子在 100℃ 下干燥 5h，注塑成型，所述的注塑成型的温度如下：前段 260~280℃，中段 270~290℃，后段 270~290℃，喷嘴 270~290℃，注射压力 50~100Mpa。

[0086] 上述的对实施例的描述是为便于该技术领域的普通技术人员能理解和应用本发明。熟悉本领域技术的人员显然可以容易地对这些实施例做出各种修改，并把在此说明的一般原理应用到其他实施例中而不必经过创造性的劳动。因此，本发明不限于这里的实施例，本领域技术人员根据本发明的揭示，不脱离本发明范畴所做出的改进和修改都应该在本发明的保护范围之内。