



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103450677 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 13

(21) 申请号 201310344772. 2

(22) 申请日 2013. 08. 08

(73) 专利权人 上海日之升新技术发展有限公司
地址 201109 上海市闵行区沪闵路 3078 号

(72) 发明人 郭建鹏 金幸 朱晓龙 陈超
杨涛 孟成铭 苏吉英

(74) 专利代理机构 上海卓阳知识产权代理事务
所(普通合伙) 31262

代理人 曹翠娟

(56) 对比文件

CN 102229747 A, 2011. 11. 02,
CN 102993710 A, 2013. 03. 27,
CN 102311640 A, 2012. 01. 11,
CN 101343409 A, 2009. 01. 14,

审查员 马博文

(51) Int. Cl.

C08L 77/06(2006. 01)

C08L 51/08(2006. 01)

C08K 13/06(2006. 01)

C08K 9/06(2006. 01)

C08K 7/06(2006. 01)

C08K 3/04(2006. 01)

C08K 5/13(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物,所述的复合物由以下重量百分比含量的原料组分制备得到:MXD6 50%~75%,连续长碳纤维 20%~40%,相容剂 2%~10%,抗氧剂 0.1%~1%,润滑剂 0.1%~1%。本发明还公开了连续长碳纤维增强 MXD6 复合物的制备方法。本发明产品连续长碳纤维增强 MXD6 复合物的力学性能及其它物理性能均优于短切纤维增强的复合材料,具有高机械强度和抗冲击强度,外观良好,低翘曲,可用于工业或民用产品等众多领域。

1. 一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物,其特征在于,所述的复合物由以下重量百分比含量的原料组分制备得到:MXD6 60%,连续长碳纤维 37%,相容剂 2%,抗氧剂 0.2%,润滑剂 0.8%,所述的 MXD6 为熔融指数为 100 ~ 1500g/10min 的均聚 MXD6,所述的连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的连续长碳纤维,所述的相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,所述的抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,所述的润滑剂为 TAF 润滑剂;

所述的复合物的制备方法为:

(1) 按照上述重量百分比称取各原料;

(2) 将 MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合 5 分钟,出料;

(3) 将步骤(2)所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 270 ~ 280℃,一段 270℃,二段 270℃,三段 275℃,四段 275℃,五段 275℃,六段 280℃,七段 280℃,八段 270℃,九段 270℃,主机转速 40Hz,喂料转速 25Hz,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 300℃;将连续长碳纤维以 100m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 5m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及碳纤维增强 MXD6 复合物技术领域,具体地说,是一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物及其制备方法。

背景技术

[0002] MXD6 是以间苯二甲胺和己二酸为原料,通过缩聚反应合成的一种结晶性尼龙树脂。目前,MXD6 材料增强用的纤维有玻璃纤维、不锈钢纤维等等。纤维增强 MXD6 材料的增强方式分为两种:短切纤维增强和连续长纤增强。与传统的短切纤维增强粒料相比,长纤增强热塑性复合材料(LFRTP)具有更好的综合性能。

[0003] 长碳纤维增强热塑性复合材料制品内纤维的平均长度较大,并且长碳纤维在注塑制品内可以形成一定的网络结构,使长碳纤维增强热塑性复合材料制品的力学性能及其它物理性能均优于短切纤维增强的复合材料。但是本领域技术人员一直没有解决 MXD6 与碳纤维相容性的问题,使得连续长碳纤维增强 MXD6 复合物的制备受到限制。

[0004] 中国专利文献 CN201010296671.9,公开了一种高阻隔性加纤阻燃吹塑尼龙复合材料及其制备方法,其制品由下列重量份的组分制得:PA66 50~70份,EOVA 10~20份,MXD6 5~10份,相容剂 1~5份,玻纤 15~20份,阻燃剂 20~25份,增塑剂 5~10份,热稳定剂 0.1~0.3份,抗氧化剂 0.1~1份,纳米蒙脱土 1~5份;所述玻纤为经过偶联处理的玻纤,即在玻纤里加入玻纤质量的 0.5~2%的硅烷偶联剂混合得到。中国专利文献 CN200610053171.6,公开了一种尼龙 MXD6/纳米蒙脱土复合材料的制备方法,该尼龙 MXD6/纳米蒙脱土复合材料中,以重量份数计,纳米蒙脱土含量为 0.1-10份。上述专利中均用到 MXD6 树脂,但是所制备的复合材料中的组分不同,关于本发明的连续长碳纤维增强 MXD6 复合物,目前还未见报道。

发明内容

[0005] 本发明的目的是针对现有技术中的不足,提供一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

[0006] 本发明的再一的目的是,提供一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物的制备方法。

[0007] 为实现上述目的,本发明采取的技术方案是:

[0008] 一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物,所述的复合物由以下重量百分比含量的原料组分制备得到:MXD6 50%~75%,连续长碳纤维 20%~40%,相容剂 2%~10%,抗氧剂 0.1%~1%,润滑剂 0.1%~1%。

[0009] 所述的 MXD6 优选为均聚 MXD6,其熔融指数为 100~1500g/10min。

[0010] 所述的连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维。

[0011] 所述的相容剂为马来酸酐接枝 MXD6。

[0012] 所述的抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂。

[0013] 所述的润滑剂为 TAF 润滑剂。

[0014] 为实现上述第二个目的,本发明采取的技术方案是:

[0015] 一种连续长碳纤维增强 MXD6 复合物的制备方法,包括以下步骤:

[0016] (1) 按照所述的重量百分比称取各原料;

[0017] (2) 将 MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合 2 ~ 5 分钟,出料;

[0018] (3) 将步骤(2)所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 260 ~ 280℃,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 280 ~ 330℃;将连续长碳纤维以 20 ~ 100m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 2 ~ 6m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

[0019] 本发明优点在于:

[0020] 本发明采用相容剂有效地改善了 MXD6 与连续长碳纤维界面间的结合力,提高了复合物的综合性能;由于长碳纤维在注塑制品内可以形成一定的网络结构,在 MXD6 中保留长度较长,使长碳纤维增强 MXD6 复合物的力学性能及其它物理性能均优于短切纤维增强的复合材料;润滑剂提高了 MXD6 的流动性,明显提高了 MXD6 对连续长碳纤维的浸润效果;本发明制备的连续长碳纤维增强 MXD6 复合物具有高机械强度和抗冲击强度,外观良好,低翘曲,可用于工业或民用产品等众多领域,包括汽车、器械、娱乐、食品加工、通讯、电子电气、电动工具、园艺等,在组合式部件中可以取代金属。

具体实施方式

[0021] 下面对本发明提供的具体实施方式作详细说明。

[0022] 本发明的实施例和对比例中,所述的 MXD6 为市售商品,优选为均聚 MXD6,其熔融指数为 100 ~ 1500g/10min。所述的连续长碳纤维优选为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维。所述的相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,购自上海日之升新技术发展有限公司。所述的抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂。所述的润滑剂为 TAF 润滑剂。

[0023] 实施例 1~实施例 4 和对比例 1~对比例 4

[0024] MXD6 为均聚 MXD6,连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维,玻璃纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱玻璃纤维,相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,润滑剂为 TAF 润滑剂。按照表 1 中所示的重量百分比称取各原料。

[0025] 表 1 实施例 1~实施例 4 和对比例 1~对比例 4 中各原料的重量百分比(wt%)

[0026]

原料名称	实施 例 1	实施 例 2	对比 例 1	对比 例 2	实施 例 3	实施 例 4	对比 例 3	对比 例 4
MXD6	65.3	50	65.3	50	60	71	62	75
连续长碳纤维	30	40	0	0	37	24	37	24
玻璃纤维	0	0	30	40	0	0	0	0
相容剂	4	9	4	9	2	4	0	0
抗氧化剂	0.4	0.5	0.4	0.5	0.2	0.8	0.2	0.8
润滑剂	0.3	0.5	0.3	0.5	0.8	0.2	0.8	0.2

[0027] 将 MXD6、相容剂、抗氧化剂和润滑剂放入高混机中混合 5 分钟,出料;将所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 270 ~ 280℃,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 300℃;将连续长碳纤维或玻璃纤维以 100m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 5m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物或玻璃纤维增强 MXD6 复合物。双螺杆挤出机与高温熔体浸润模头的具体加工温度如表 2 所示。

[0028] 表 2 双螺杆挤出机与高温熔体浸润模头的加工温度

[0029]

双螺杆挤出机	一段	二段	三段	四段	五段	六段	七段	八段	九段
加工温度℃	270	270	275	275	275	280	280	270	270
主机转速/Hz	40					喂料转速/Hz	25		
熔融浸润模头	一段	二段	三段	四段	五段	六段	七段	八段	九段
加工温度℃	300	300	300	300	300	300	300	300	300

[0030] 对实施例 1 ~ 实施例 4 和对比例 1 ~ 对比例 4 制备的复合物进行性能测试,采用 ASTM 标准,性能测试结果见表 3:

[0031] 表 3 性能测试结果

[0032]

项目	实施 例 1	实施 例 2	对比 例 1	对比 例 2	实施 例 3	实施 例 4	对比 例 3	对比 例 4
拉伸强度 (MPa)	253	244	215	210	258	249	203	201
弯曲强度 (MPa)	269	262	209	208	270	262	209	218
缺口冲击强度 (J/m ²)	203	196	136	129	210	203	120	125

[0033] 从表 3 中可看出,使用连续长碳纤维的实施例 1 和实施例 2 所得的复合物的综合性能均优于使用玻璃纤维的对比例 1 和对比例 2;与没有添加相容剂的对比例 3 和对比例 4 相比,使用了相容剂的实施例 3 和实施例 4 所制备的复合物具有更高的机械强度和抗冲击强度。

[0034] 实施例 5

[0035] MXD6 为均聚 MXD6,连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维,相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,润滑剂为 TAF 润滑剂。按照以下重量百分比称取各原料:

[0036] MXD6 67%,连续长碳纤维 25%,相容剂 6%,抗氧剂 1%,润滑剂 1%。

[0037] 将 MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合 5 分钟,出料;将所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 270 ~ 280℃,一段 270℃,二段 270℃,三段 275℃,四段 275℃,五段 275℃,六段 280℃,七段 280℃,八段 270℃,九段 270℃,主机转速 40Hz,喂料转速 25Hz,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 320℃;将连续长碳纤维以 100m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 5m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

[0038] 实施例 6

[0039] MXD6 为均聚 MXD6,连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维,相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,润滑剂为 TAF 润滑剂。按照以下重量百分比称取各原料:

[0040] MXD6 53.9%,连续长碳纤维 35%,相容剂 10%,抗氧剂 0.1%,润滑剂 1%。

[0041] 将 MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合 3 分钟,出料;将所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 260 ~ 280℃,一段 260℃,二段 270℃,三段 275℃,四段 275℃,五段 275℃,六段 280℃,七段 280℃,八段 270℃,九段 260℃,主机转速 40Hz,喂料转速 25Hz,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 330℃;将连续长碳纤维以 60m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 2m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

[0042] 实施例 7

[0043] MXD6 为均聚 MXD6,连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维,相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,润滑剂为 TAF 润滑剂。按照以下重量百分比称取各原料:

[0044] MXD6 75%,连续长碳纤维 20%,相容剂 3.9%,抗氧剂 1%,润滑剂 0.1%。

[0045] 将 MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合 2 分钟,出料;将所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为 270 ~ 280℃,一段 270℃,二段 270℃,三段 275℃,四段 275℃,五段 275℃,六段 280℃,七段 280℃,八段 270℃,九段 270℃,主机转速 40Hz,喂料转速 25Hz,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为 300℃;将连续长碳纤维以 20m/min 的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为 5m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强 MXD6 复合物。

[0046] 实施例 8

[0047] MXD6 为均聚 MXD6,连续长碳纤维为表面经硅烷偶联剂处理过的无碱长碳纤维,相容剂为马来酸酐接枝 MXD6,抗氧剂为高分子量受阻酚类抗氧剂,润滑剂为 TAF 润滑剂。按照以下重量百分比称取各原料:

[0048] MXD6 54.3%,连续长碳纤维 40%,相容剂 5%,抗氧剂 0.4%,润滑剂 0.3%。

[0049] 将MXD6、相容剂、抗氧剂和润滑剂放入高混机中混合4分钟,出料;将所得的预混料加入到双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机塑化,双螺杆挤出机的温度为260~280℃,一段260℃,二段270℃,三段275℃,四段275℃,五段275℃,六段280℃,七段280℃,八段270℃,九段260℃,主机转速40Hz,喂料转速25Hz,然后输送到高温熔体浸润模头内的高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润模头内的温度为280℃;将连续长碳纤维以80m/min的速度牵引输入高温熔体浸润槽中,高温熔体浸润槽长度为6m,充分浸润后,冷却,切粒,得到连续长碳纤维增强MXD6复合物。

[0050] 将实施例5~实施例8所制备的连续长碳纤维增强MXD6复合物进行性能测试,采用ASTM标准,性能测试结果表明:采用相容剂有效地改善了MXD6与连续长碳纤维界面间的结合力,提高了复合物的综合性能;由于长碳纤维在注塑制品内可以形成一定的网络结构,在MXD6中保留长度较长,使长碳纤维增强MXD6复合物的力学性能及其它物理性能均优于短切纤维增强的复合材料;润滑剂提高了MXD6的流动性,明显提高了MXD6对连续长碳纤维的浸润效果。本发明制备的连续长碳纤维增强MXD6复合物具有高机械强度和抗冲击强度,外观良好,低翘曲,可用于工业或民用产品等众多领域,包括汽车、器械、娱乐、食品加工、通讯、电子电气、电动工具、园艺等,在组合式部件中可以取代金属。

[0051] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员,在不脱离本发明方法的前提下,还可以做出若干改进和补充,这些改进和补充也应视为本发明的保护范围。