



(21) 申请号 202111622555.6

审查员 徐海露

(22) 申请日 2021.12.28

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114213665 A

(43) 申请公布日 2022.03.22

(73) 专利权人 无锡殷达尼龙有限公司

地址 214000 江苏省无锡市惠山区玉祁配
套区

(72) 发明人 沈俊毅 陈尚标 胡瑞莉 殷炼伟

(74) 专利代理机构 无锡市兴为专利代理事务所

(特殊普通合伙) 32517

专利代理师 朱荣富

(51) Int. Cl.

C08G 81/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种聚酰胺弹性体的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:步骤S1,在惰性气氛下,将聚酰胺盐、封端剂和水混合,升温、升压并维持恒定压力,反应2~5小时,泄压至常压后,抽真空,设置反应温度为230~250℃;步骤S2,加入聚醚二醇和催化剂,设置反应条件为230~250℃、50~100Pa;步骤S3,加入聚碳酸酯二醇,设置反应条件为230~250℃、50~100Pa,然后经模头挤出,水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物;步骤S4,将聚酰胺弹性体初聚物和扩链剂同时加入螺杆挤出机,混合、挤出、造粒,得到聚酰胺弹性体。本发明制备得到的聚酰胺弹性体的拉伸强度高,单体残留较少,稳定性高,满足使用要求。

1. 一种聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1,在惰性气氛下,将聚酰胺盐、封端剂和水混合后,将温度升到180~210℃,压力升到1.0~2.0Mpa,持续排出水蒸气,以维持恒定压力,反应2~5小时后,慢慢泄压至常压,并抽至真空度为50~200Pa,温度设为230~250℃,继续反应1~2小时;其中,所述的聚酰胺盐主要由碳原子数为6~12的二胺和碳原子数为6~18的二酸合成得到的盐,所述聚酰胺盐选自聚酰胺66盐、聚酰胺610盐、聚酰胺612盐、聚酰胺1010盐、聚酰胺1012盐、聚酰胺1014盐中的至少一种;

步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入聚醚二醇和催化剂,设定温度为230~250℃,压力为50~100Pa,反应1~2小时;

步骤S3,向步骤S2的反应体系中加入聚碳酸酯二醇,设定温度为230~250℃下,压力为50~100Pa,反应1~2小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物;

步骤S4,将聚酰胺弹性体初聚物和扩链剂同时加入螺杆挤出机、并在200~250℃下进行混合、挤出、造粒,得到聚酰胺弹性体,所述扩链剂为亚磷酸三苯酯。

2. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

按质量份数计,所述步骤S1中各组分的组成为:聚酰胺盐100份,封端剂10~80份,水200~300份。

3. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

步骤S1中,所述封端剂选自己二酸、癸二酸、十二碳二元酸中的至少一种。

4. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

按质量份数计,所述步骤S2中加入的各组分的组成为:聚醚二醇100~500份,催化剂0.1~10份。

5. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

步骤S2中,所述聚醚二醇选自聚乙二醇、聚丙二醇、聚四氢呋喃醚二醇中的至少一种;所述聚醚二醇的相对分子量为650~3000。

6. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

步骤S2中,所述催化剂为钛酸四丁酯和/或锆酸四丁酯。

7. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

按质量份数计,所述步骤S3中加入的聚碳酸酯二醇为10~50份;所述聚碳酸酯二醇的数均分子量为800~2000。

8. 如权利要求1所述的聚酰胺弹性体的制备方法,其特征在于,

按质量份数计,所述步骤S4中各组分的组成为:聚酰胺弹性体初聚物100份,扩链剂1~5份。

一种聚酰胺弹性体的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于弹性体材料的制备和生产领域,尤其涉及一种聚酰胺弹性体的制备方法。

背景技术

[0002] 聚酰胺弹性体是一种嵌段共聚物,是由高熔点的结晶性尼龙硬段和非结晶性或者无定形聚酯或聚醚软段组成。它们的化学组成、片段长度和之间的比例决定了该类材料的物理和化学性质。尼龙弹性体强度高、韧性高、弹性好、比重低、耐弯曲疲劳性能好、耐磨性能好、低温性能好,可以广泛地应用于汽车、运动用品、医疗用品、密封件、机械零部件等方面。

[0003] 聚酰胺弹性体多由长碳链聚酰胺和聚醚多元醇共聚而成:法国Arkema公司首先采用尼龙12和聚醚多元醇合成了聚酰胺弹性体,并实现了商业化,其代表产品有Pebax产品;德国赢创公司的Vestamid系列和EMS公司的Grilamid系列的聚酰胺弹性体均采用了尼龙12作为硬段;也有一些商业化的聚酰胺弹性体采用尼龙6作为硬段,如Sanyo公司的Pelestat系列等。

[0004] 目前商业化的聚酰胺弹性体大多采用了单号尼龙作为硬段。而脂肪族二酸和脂肪族二胺为单体合成的双号尼龙,如尼龙66、尼龙612,以此为硬段的聚酰胺弹性体目前仍未成功商业化,主要原因在于,与单号尼龙相比,双号尼龙与合成聚酰胺弹性体的软段聚醚的相容性较差,相界反应缓慢,如果条件不适合,甚至反应不完全,有单体残留,所制备的聚酰胺弹性体拉伸强度不高,稳定性差,无法满足使用要求。

发明内容

[0005] 本发明的目的是在于克服现有技术中存在的不足,提供一种聚酰胺弹性体的制备方法,是以双号尼龙为硬段的聚酰胺弹性体的合成工艺路线,制备的聚酰胺弹性体单体反应完全,拉伸强度高,稳定性高。为实现以上技术目的,本发明实施例采用的技术方案是:

[0006] 本发明实施例提供了一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 步骤S1,在惰性气氛下,将聚酰胺盐、封端剂和水混合后,将温度升到180~210℃,压力升到1.0~2.0Mpa,持续排出水蒸气,以维持恒定压力,反应2~5小时后,慢慢泄压至常压,并抽至真空度为50~200Pa,温度设为230~250℃,继续反应1~2小时;

[0008] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入聚醚二醇和催化剂,设定温度为230~250℃,压力为50~100Pa,反应1~2小时;

[0009] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中加入聚碳酸酯二醇,设定温度为230~250℃下,压力为50~100Pa,反应1~2小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物;

[0010] 步骤S4,将聚酰胺弹性体初聚物和扩链剂同时加入螺杆挤出机、并在200~250℃下进行混合、挤出、造粒,得到聚酰胺弹性体。

[0011] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S1中各组分的组成为:聚酰胺盐100份,封端剂

10~80份,水200~300份。

[0012] 进一步地,步骤S1中,所述的聚酰胺盐主要由碳原子数为6~12的二胺和碳原子数为6~18的二酸合成得到的盐;

[0013] 所述聚酰胺盐选自聚酰胺66盐、聚酰胺610盐、聚酰胺612盐、聚酰胺1010盐、聚酰胺1012盐、聚酰胺1014盐中的至少一种。

[0014] 进一步地,步骤S1中,所述封端剂选自己二酸、癸二酸、十二碳二元酸中的至少一种。

[0015] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S2中加入的各组分的组成为:聚醚二醇100~500份,催化剂0.1~10份。

[0016] 进一步地,步骤S2中,所述聚醚二醇选自聚乙二醇、聚丙二醇、聚四氢呋喃醚二醇中的至少一种;

[0017] 所述聚醚二醇的相对分子量为650~3000。

[0018] 进一步地,步骤S2中,所述催化剂为钛酸四丁酯和/或锆酸四丁酯。

[0019] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S3中加入的聚碳酸酯二醇为10~50份;

[0020] 所述聚碳酸酯二醇的数均分子量为800~2000。

[0021] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S4中各组分的组成为:聚酰胺弹性体初聚物100份,扩链剂1~5份。

[0022] 进一步地,步骤S4中,所述扩链剂为亚磷酸三苯酯。

[0023] 本发明实施例提供的技术方案带来的有益效果是:

[0024] 本发明通过添加聚碳酸酯二醇来提高双号尼龙和聚醚二醇的相容性,加快了反应速度,后期通过添加亚磷酸三苯酯进行扩链,提高了聚酰胺弹性体的分子量,得到的聚酰胺弹性体的拉伸强度高,单体残留较少,稳定性高,满足使用要求。

具体实施方式

[0025] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0026] 本发明实施例提供了一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0027] 步骤S1,在惰性气氛下,将聚酰胺盐、封端剂和水混合后,将温度升到180~210℃,例如可以为180℃、185℃、190℃、195℃、200℃、205℃、210℃等,压力升到1.0~2.0Mpa,例如可以为1.0Mpa、1.2Mpa、1.4Mpa、1.6Mpa、1.8Mpa、2.0Mpa等,持续排出水蒸气,以维持恒定压力,反应2~5小时后,慢慢泄压至常压,并抽至真空度为50~200Pa,例如可以为50Pa、70Pa、90Pa、110Pa、130Pa、150Pa、170Pa、190Pa、200Pa等,温度设为230~250℃,例如可以为230℃、235℃、240℃、245℃、250℃等,继续反应1~2小时;

[0028] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入聚醚二醇和催化剂,设定温度为230~250℃,例如可以为230℃、235℃、240℃、245℃、250℃等,压力为50~100Pa,例如可以为50Pa、60Pa、70Pa、80Pa、90Pa、100Pa等,反应1~2小时;

[0029] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中加入聚碳酸酯二醇,设定温度为230~250℃下,例如可以为230℃、235℃、240℃、245℃、250℃等,压力为50~100Pa,例如可以为50Pa、60Pa、

70Pa、80Pa、90Pa、100Pa等,反应1~2小时,然后通过模头挤出、经水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物;

[0030] 步骤S4,将聚酰胺弹性体初聚物和扩链剂同时加入螺杆挤出机、并在200~250℃下进行混合,例如可以为200℃、210℃、220℃、230℃、240℃、250℃等,挤出、造粒,得到聚酰胺弹性体。

[0031] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S1中各组分的组成为:聚酰胺盐100份,封端剂10~80份,例如可以为10份、20份、30份、40份、50份、60份、70份、80份等,水200~300份,例如可以为200份、220份、240份、260份、280份、300份等。

[0032] 进一步地,步骤S1中,所述的聚酰胺盐主要由碳原子数为6~12的二胺和碳原子数为6~18的二酸合成得到的盐;

[0033] 所述聚酰胺盐选自为聚酰胺66盐、聚酰胺610盐、聚酰胺612盐、聚酰胺1010盐、聚酰胺1012盐、聚酰胺1014盐中的至少一种。

[0034] 进一步地,步骤S1中,所述封端剂选自己二酸、癸二酸、十二碳二元酸中的至少一种。

[0035] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S2中加入的各组分的组成为:聚醚二醇100~500份,例如可以为100份、200份、300份、400份、500份等,催化剂0.1~10份,例如可以为0.1份、1份、3份、5份、7份、9份、10份等。

[0036] 进一步地,步骤S2中,所述聚醚二醇选自聚乙二醇、聚丙二醇、聚四氢呋喃醚二醇中的至少一种;

[0037] 所述聚醚二醇的相对分子量为650~3000,例如可以为650、800、1000、1500、2000、2500、3000等。

[0038] 进一步地,步骤S2中,所述催化剂为钛酸四丁酯和/或锆酸四丁酯。

[0039] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S3中加入的聚碳酸酯二醇为10~50份,例如可以为10份、20份、30份、40份、50份等;

[0040] 所述聚碳酸酯二醇的数均分子量为800~2000,例如可以为800、1000、1200、1500、1800、2000等。

[0041] 进一步地,按质量份数计,所述步骤S4中各组分的组成为:聚酰胺弹性体初聚物100份,扩链剂1~5份,例如可以为1份、2份、3份、4份、5份等。

[0042] 进一步地,步骤S4中,所述扩链剂为亚磷酸三苯酯。

[0043] 在以下具体实施例及对比例中,所涉及的操作未注明条件者,均按照常规条件或者制造商建议的条件下进行。所有原材料未注明生产厂商及规格者均为可以通过市购获得的常规产品。

[0044] 本申请对实施例1-5及对比例1-5提供的聚酰胺弹性体的相对粘度、拉伸强度、断裂伸长率进行评价,具体地,按照以下方法进行测试:

[0045] (1) 相对粘度:精确称量0.25g聚酰胺弹性体,加入到25ml的间甲酚中,在20-30℃搅拌溶解。完全溶解后,取溶液置于乌氏粘度计中,在25℃的恒温槽中放置10分钟,然后测定下降速度,标记为t。另外,同时测定间甲基苯酚的下降速度,标记为t₀。按照公式:相对粘度=t/t₀,计算得出聚酰胺弹性体的相对粘度。

[0046] (2) 拉伸强度和断裂伸长率:选取相同质量的聚酰胺弹性体作为试样,在注射成型

机中、在高于聚酰胺弹性体的熔点30℃的温度下熔融，并在注射压力为600kgf/cm²、注射时间为1.0秒、模具温度为40℃的条件下得到注射成型片。将制得的注射成型片在25℃下实施24小时的退火处理，然后在绝对干燥的状态下进行了试验，具体地，根据《ISO 527-2塑料拉伸性能测试方法》标准提供的方法对10个试样的拉伸强度和断裂伸长率进行测试。

[0047] (3) 乙醇萃取：将聚酰胺弹性体加入索氏提取器，同时加入乙醇。在沸腾乙醇中萃取16小时，然后按照公式：
$$\text{乙醇萃取率} = \frac{m_0 - m}{m} * 100\%$$
，计算得出乙醇萃取率，其中，公式中的m₀为萃取前样品质量，m为萃取后样品质量。

[0048] 实施例1

[0049] 一种聚酰胺弹性体的制备方法，包括以下步骤：

[0050] 步骤S1，将癸二酰己二胺盐100份、癸二酸60份、去离子水300份，加入反应釜，搅拌，加热升温至200℃，压力升至1.5Mpa，打开排气阀，排出水蒸气以维持反应釜压力为1.5Mpa；反应3小时后，打开排气阀慢慢卸压，同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为常压后，关闭排气阀门，反应釜抽真空，维持真空度为100Pa，温度为240℃，反应1小时；

[0051] 步骤S2，向步骤S1的反应体系中加入314份聚四氢呋喃二醇（分子量1000）、1份钛酸四丁酯，在温度为240℃、压力为100Pa的条件下，继续反应1小时；

[0052] 步骤S3，向步骤S2的反应体系中继续加入10份聚碳酸酯二醇（分子量800），在温度为240℃、压力为100Pa的条件下，继续反应1小时，然后通过模头挤出、水下切粒，得到聚酰胺弹性体初聚物，聚酰胺弹性体初聚物的相对粘度为1.9；

[0053] 步骤S4，将100份聚酰胺弹性体初聚物连续地加入螺杆挤出机中，同时将2份亚磷酸三苯酯连续加入螺杆挤出机中，螺杆机的温设定为240℃，经过螺杆挤出机混合反应后，得到以聚酰胺610为硬段的透明的聚酰胺弹性体，聚酰胺弹性体的相对粘度为3.0。

[0054] 对比例1

[0055] 一种聚酰胺弹性体的制备方法，包括以下步骤：

[0056] 本对比例1与上述实施例1中的不同之处在于：本对比例1不涉及实施例1中所述步骤S3及步骤S4的操作，并将步骤S2中的时间延长至8小时：

[0057] 步骤S1，将癸二酰己二胺盐100份、癸二酸60份、去离子水300份，加入反应釜，搅拌，加热升温至200℃，压力升至1.5Mpa，打开排气阀，排出水蒸气以维持反应釜压力为1.5Mpa，反应3小时后，打开排气阀慢慢卸压，同时让反应温度升到240℃；当釜内压力为常压后，关闭排气阀门，反应釜抽真空；维持真空度为100Pa，温度为240℃，反应1小时，得到聚酰胺610低聚物；

[0058] 步骤S2，向步骤S1的反应体系中加入314份聚四氢呋喃二醇（分子量1000）、5份钛酸四丁酯，在温度为240℃、压力为100Pa的条件下，继续反应8小时，得到以聚酰胺610为硬段的聚酰胺弹性体，聚酰胺弹性体的相对粘度为2.4。

[0059] 实施例2

[0060] 一种聚酰胺弹性体的制备方法，包括以下步骤：

[0061] 步骤S1，将十二二酰己二胺盐100份、十二碳二酸33份、去离子水300份，加入反应釜，搅拌，加热升温至200℃，压力升至1.5Mpa，打开排气阀，排出水蒸气以维持反应釜压力为1.5Mpa，反应3小时后，打开排气阀慢慢卸压，同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为

常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度为240℃,反应1小时;

[0062] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入289份聚四氢呋喃二醇(分子量2000)、1份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时;

[0063] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中继续加入10份聚碳酸酯二醇(分子量1000),在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物,聚酰胺弹性体初聚物的相对粘度为1.8;

[0064] 步骤S4,将100份聚酰胺弹性体初聚物连续地加入螺杆挤出机中,同时将3份亚磷酸三苯酯连续加入螺杆挤出机中,螺杆机的温度设定为240℃。经过螺杆挤出机混合反应后,得到以聚酰胺612为硬段的透明的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为3.1。

[0065] 对比例2

[0066] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0067] 本对比例2与所述实施例2中的不同之处在于:本对比例2不涉及实施例2中所述步骤S3及步骤S4的操作,并将步骤S2中的时间延长至10小时:

[0068] 步骤S1,将十二二酰己二胺盐100份、十二碳二酸33份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至200℃,压力升至1.5Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.5Mpa。反应3小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度240℃,反应2小时,得到聚酰胺612低聚物;

[0069] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入289份聚四氢呋喃二醇(分子量2000)、5份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应10小时,得到以聚酰胺612为硬段的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.4。

[0070] 实施例3

[0071] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0072] 步骤S1,将己二酰己二胺盐100份、己二酸28份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至220℃,压力升至1.8Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.8Mpa。反应4小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到250℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度250℃,反应1小时;

[0073] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入191份聚四氢呋喃二醇(分子量1000)、2份钛酸四丁酯,在温度为250℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时;

[0074] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中加入8份聚碳酸酯二醇(分子量500),在温度为250℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物,聚酰胺弹性体初聚物的相对粘度为1.9;

[0075] 步骤S4,将100份聚酰胺弹性体初聚物连续地加入螺杆挤出机中,同时将3份亚磷酸三苯酯连续加入螺杆挤出机中,螺杆机的温度设定为250℃,经过螺杆挤出机混合反应后,得到以聚酰胺66为硬段的透明的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.9。

[0076] 对比例3

[0077] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0078] 本对比例3与所述实施例3中的不同之处在于:本对比例3不涉及实施例3中所述步骤S3及步骤S4的操作,并将步骤S2中的时间延长至10小时:

[0079] 步骤S1,将己二酰己二胺盐100份、己二酸28份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至210℃,压力升至1.8Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.8Mpa。反应3小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到250℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度250℃,反应2小时,得到聚酰胺66低聚物;

[0080] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入191份聚四氢呋喃二醇(分子量1000)、6份钛酸四丁酯,在温度为250℃、压力为100Pa的条件下,继续反应10小时,得到以聚酰胺66为硬段的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.3。

[0081] 实施例4

[0082] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0083] 步骤S1,将癸二酰癸二胺盐100份、癸二酸28份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至200℃,压力升至1.5Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.5Mpa。反应3小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度240℃,反应1小时;

[0084] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入133份聚四氢呋喃二醇(分子量1000)、2份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时;

[0085] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中继续加入10份聚碳酸酯二醇(分子量1000),在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物,聚酰胺弹性体初聚物的相对粘度为1.7;

[0086] 步骤S4,将100份聚酰胺弹性体初聚物连续地加入螺杆挤出机中,同时将3份亚磷酸三苯酯连续加入螺杆挤出机中,螺杆机的温度设定为240℃,经过螺杆挤出机混合反应后,得到以聚酰胺1010为硬段的透明的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.8。

[0087] 对比例4

[0088] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0089] 本对比例4与所述实施例4中的不同之处在于:本对比例4不涉及实施例4中所述步骤S3及步骤S4的操作,并将步骤S2中的时间延长至8小时:

[0090] 步骤S1,将癸二酰癸二胺盐100份、己二酸28份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至200℃,压力升至1.5Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.5Mpa。反应3小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度240℃的条件下反应1小时,得到聚酰胺1010低聚物;

[0091] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入133份聚四氢呋喃二醇(分子量1000)、6份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应8小时后,得到以聚酰胺1010为硬段的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.4。

[0092] 实施例5

[0093] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0094] 步骤S1,将十二碳二酰癸二胺盐100份、十二碳二酸57份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至200℃,压力升至1.5Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.5Mpa。反应4小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到240℃。当釜内压

力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度240℃的条件下反应1小时;

[0095] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中加入450份聚四氢呋喃二醇(分子量2000)、2份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,反应1小时;

[0096] 步骤S3,向步骤S2的反应体系中继续加入10份聚碳酸酯二醇(分子量1000),在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应1小时,然后通过模头挤出、水下切粒,得到聚酰胺弹性体初聚物,聚酰胺弹性体初聚物的相对粘度为1.8;

[0097] 步骤S4,将100份聚酰胺弹性体初聚物连续地加入螺杆挤出机中,同时将3份亚磷酸三苯酯连续加入螺杆挤出机中,螺杆机的温度设定为240℃,经过螺杆挤出机混合反应后,得到以聚酰胺1012为硬段的透明的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为3.0。

[0098] 对比例5

[0099] 一种聚酰胺弹性体的制备方法,包括以下步骤:

[0100] 本对比例5与所述实施例5中的不同之处在于:本对比例5不涉及实施例5中所述步骤S3及步骤S4的操作,并将步骤S2中的时间延长至8小时:

[0101] 步骤S1,将十二碳二酰癸二胺盐100份、十二碳二酸57份、去离子水300份,加入反应釜,搅拌,加热升温至200℃,压力升至1.5Mpa,打开排气阀,排出水蒸气以维持反应釜的压力为1.5Mpa。反应3小时后,打开排气阀慢慢卸压,同时让反应温度升到240℃。当釜内压力为常压后,关闭排气阀门,反应釜抽真空,维持真空度为100Pa,温度240℃的条件下反应1小时,得到聚酰胺1012低聚物;

[0102] 步骤S2,向步骤S1的反应体系中继续加入450份聚四氢呋喃二醇(分子量2000)、6份钛酸四丁酯,在温度为240℃、压力为100Pa的条件下,继续反应8小时后,得到以聚酰胺1012为硬段的聚酰胺弹性体,聚酰胺弹性体的相对粘度为2.3。

[0103] 表1实施例与对比例性能对比

[0104]

	拉伸强度(Mpa)	断裂伸长率(%)	乙醇萃取(%)	相对粘度
实施例1	62	600%	1.0%	3.0
对比例1	30	400%	8.2%	2.4
实施例2	65	610%	1.1%	3.1
对比例2	25	390%	7.5%	2.4
实施例3	75	400%	0.8%	2.9
对比例3	25	300%	8.5%	2.3
实施例4	40	650%	1.0%	2.8
对比例4	19	300%	8.6%	2.4
实施例5	30	750%	1.2%	3.0
对比例5	9	300%	9.8%	2.3

[0105] 本发明实施例1-5及对比例1-5的数据结果如表1所示,可以看出,相较于对比例1-5所制备的聚酰胺弹性体,对应的实施例1-5所制备的聚酰胺弹性体,其粘度、拉伸强度及断裂伸长率均更高,且乙醇萃取物含量大大降低,表明聚酰胺弹性体中的单体残留很低。

[0106] 本发明实施例所提供的聚酰胺弹性体制备方法相比于传统的聚酰胺弹性体的制备方法,过程可控,品质稳定,所制备得到的聚酰胺弹性体性能更加优越,适合工业化生产。

[0107] 最后所应说明的是,以上具体实施方式仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照实例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的精神和范围,其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。