

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103849142 A

(43) 申请公布日 2014. 06. 11

(21) 申请号 201210504760. 7

C08K 3/24 (2006. 01)

(22) 申请日 2012. 11. 30

(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 赵敏

(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 77/06 (2006. 01)

C08K 13/04 (2006. 01)

C08K 7/14 (2006. 01)

C08K 7/28 (2006. 01)

C08K 5/3492 (2006. 01)

C08K 5/03 (2006. 01)

C08K 3/22 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种轻质阻燃改性聚酰胺材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于高分子材料技术领域，涉及一种改性聚酰胺材料及其制备方法。该材料由包括以下重量份的组分制成：100 份尼龙 66, 0-60 份玻璃纤维, 16-28 份阻燃剂, 5-15 份空心玻璃微珠, 5-18 份相容剂, 0.3-1 份抗氧剂, 0.3-1.0 份润滑剂。本发明所制得的轻质阻燃聚酰胺材料具有密度低，符合现代社会对材料轻量化的要求有利于节能减排，且加工流动性好表面质量优良物理机械性能突出的特点。

1. 一种改性聚酰胺材料, 其特征在于: 由包含以下重量份的组分制成:

尼龙 66	100 份,
玻璃纤维	0~60 份,
阻燃剂	16~28 份,
空心玻璃微珠	5~15 份,
相容剂	5~18 份,
抗氧剂	0.3~1 份,
润滑剂	0.3~1 份。

2. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的尼龙 66 为聚己二酸己二胺, 其粘度为 2.4~3.8。

3. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的玻璃纤维的直径为 6~18 μm ;

或所述的玻璃纤维选自无碱玻璃纤维。

4. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的空心玻璃微珠的真密度为 $0.32\text{g/cm}^3\sim0.6\text{g/cm}^3$ 。

5. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的阻燃剂选自溴代三嗪、溴化聚苯乙烯、十溴二苯乙烷、三氧化二锑、三聚氰胺多聚磷酸盐或锑酸钠中的两种; 优选所述的两种阻燃剂的重量比为 2:1~4:1。

6. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的相容剂选自马来酸酐接枝乙烯-辛烯共聚物、马来酸酐接枝三元乙丙橡胶或丙烯酸缩水甘油酯接枝聚丙烯中的一种或一种以上。

7. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的抗氧剂选自四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯、N,N'-双-(3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酰基)己二胺或三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯中的一种或一种以上。

8. 根据权利要求 1 所述的改性聚酰胺材料, 其特征在于: 所述的润滑剂选自乙撑双脂肪酸酰胺、乙烯-丙烯酸共聚物或硅酮粉中的一种或一种以上。

9. 一种上述权利要求 1~8 中任一所述的改性聚酰胺材料的制备方法, 其特征在于: 包含以下步骤: 称取 100 份尼龙 66、16~28 份阻燃剂、5~20 份空心玻璃微珠、5~18 份相容剂、0.3~1 份抗氧剂和 0.3~1 份润滑剂放入高速混合机中高速混匀; 混合均匀后, 所得的混合物料和 0~60 份玻璃纤维加入挤出机挤出造粒。

10. 根据权利要求 9 所述的制备方法, 其特征在于: 所述的高混机的转速为 500~700rpm, 混合温度为 60~80°C, 混合时间为 3~6min;

或所述的螺杆挤出机为双螺杆挤出机, 各区的温度为 250~270°C;

或所述的玻璃纤维由双螺杆挤出机的侧喂料口加入。

一种轻质阻燃改性聚酰胺材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高分子材料技术领域，涉及一种轻质改性聚酰胺材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 尼龙 66 材料本身因其具有高强度、高耐热、高耐疲劳、耐化学药品和耐油性突出等性能而被广泛的应用于汽车、建筑、电子电器和家电等行业。尼龙 66 材料作为一种塑料材料具有一定的自熄性，但并不能完全满足一些领域的要求仍然存在火灾隐患，尤其在用作电子电器相关产品时必须进行阻燃改性。然而目前市场上用于尼龙 66 阻燃改性的阻燃剂大多密度较高，且添加量较大，阻燃剂的加入在赋予材料阻燃性的同时也造成了阻燃产品密度较高、表面质量较差的问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于针对现有技术中存在的问题，提供一种轻质阻燃改性聚酰胺材料及其制备方法。该材料具有良好的阻燃性能、密度低、加工流动性良好、且浮纤现象较少等优点，该方法通过将空心玻璃微珠引入到玻纤增强聚酰胺材料体系中，有效的降低了玻纤增强聚酰胺材料的密度，符合当前对材料轻量化的需求。

[0004] 本发明的目的通过以下技术方案来实现：

[0005] 一种改性聚酰胺材料，由包含以下重量份的组分制成：

[0006] 尼龙 66 100 份，

[0007] 玻璃纤维 0-60 份，

[0008] 阻燃剂 16-28 份，

[0009] 空心玻璃微珠 5-15 份，

[0010] 相容剂 5-18 份，

[0011] 抗氧剂 0.3-1 份，

[0012] 润滑剂 0.3-1 份。

[0013] 优选地，所述的玻璃纤维为 1-60 份。

[0014] 所述的尼龙 66 为聚己二酸己二胺，其粘度为 2.4-3.8。

[0015] 所述的玻璃纤维的直径为 6-18 μm 。

[0016] 所述的玻璃纤维选自无碱玻璃纤维。

[0017] 所述的空心玻璃微珠的真密度为 $0.32\text{g/cm}^3 \sim 0.6\text{g/cm}^3$ 。

[0018] 所述的阻燃剂选自溴代三嗪、溴化聚苯乙烯、十溴二苯乙烷、三氧化二锑、三聚氰胺多聚磷酸盐或锑酸钠中的两种。

[0019] 所述的两种阻燃剂的重量比优选为 2:1-4:1。

[0020] 所述的相容剂选自马来酸酐接枝乙烯-辛烯共聚物(POE-g-MAH)、马来酸酐接枝三元乙丙橡胶(EPDM-g-MAH)或丙烯酸缩水甘油酯接枝聚丙烯(PP-g-GMA)中的一种或一种以上。

[0021] 所述的抗氧剂选自四 [β - (3, 5- 二叔丁基 -4- 羟基苯基) 丙酸] 季戊四醇酯(抗氧剂 1010)、N,N'- 双 -(3-(3, 5- 二叔丁基 -4- 羟基苯基) 丙酰基) 己二胺(抗氧剂 1098) 或三 [2. 4- 二叔丁基苯基] 亚磷酸酯(抗氧剂 168) 中的一种或一种以上。

[0022] 所述的润滑剂选自乙撑双脂肪酸酰胺(TAF)、乙烯 - 丙烯酸共聚物或硅酮粉中的一种或一种以上。

[0023] 一种上述改性聚酰胺材料的制备方法, 该方法包含以下具体步骤 :

[0024] 称取 100 份尼龙 66、16-28 份阻燃剂、5-20 份空心玻璃微珠、5-18 份相容剂、0.3-1 份抗氧剂和 0.3-1 份润滑剂放入高速混合机中高速混匀 ; 混合均匀后, 所得的混合物料和 0-60 份玻璃纤维加入挤出机挤出造粒。

[0025] 所述的高混机的转速为 500~700rpm, 混合温度为 60~80℃, 混合时间为 3~6min。

[0026] 所述的螺杆挤出机为双螺杆挤出机, 各区的温度为 250~270℃。

[0027] 所述的玻璃纤维由双螺杆挤出机的侧喂料口加入。

[0028] 与现有技术相比, 本发明所具有的有益结果和优点在于 :

[0029] 本发明采用溴系阻燃剂为主阻燃剂, 与三氧化二锑、三聚氰胺多聚磷酸盐或锑酸钠等搭配使用, 获取了阻燃性能优异的聚酰胺材料, 同时与传统的使用三氧化二锑相比, 三聚氰胺多聚磷酸盐或锑酸钠价格更低, 且制得的材料性能上也更为优异。

[0030] 本发明将空心玻璃微珠引入到阻燃聚酰胺材料体系中, 有效的降低了阻燃聚酰胺材料的密度, 符合当前对材料轻量化的需求有利于节能减排、建设资源节约型社会的需求, 同时空心玻璃微珠的加入还明显改善了材料的加工流动性, 缓解了浮纤现象, 提高了材料的表面质量。

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] 以下实施例中阻燃剂相互间为重量比, 抗氧剂相互也是重量比。

[0033] 实施例 1

[0034] PA66 (粘度为 2.4) 100 份,

[0035] 阻燃剂(溴化聚苯乙烯 : 三氧化二锑 =4/1) 16 份,

[0036] 空心玻璃微珠(密度 0.32g/cm³) 5 份,

[0037] 相容剂(PP-g-MAH) 5 份,

[0038] 抗氧剂(1098/168=1/2) 0.3 份,

[0039] 润滑剂(乙烯 - 丙烯酸共聚物) 0.3 份 ;

[0040] 按上述重量份含量进行配料, PA66、阻燃剂、空心玻璃微珠、相容剂、其他助剂投入高速混合机中高速混匀, 控制高混机速度为 700rmp, 混合温度为 60℃, 混合 3min ; 将混合物料下料至挤出机料斗, 各区的温度控制温度在 250~265℃, 挤出机拉条切粒, 即可得到该组合物, 其机械性能测试见表 1。

[0041] 实施例 2

[0042] PA66 (粘度为 2.8) 100 份,

[0043] 无碱玻璃纤维(直径为 7 μ m) 30 份,

[0044] 阻燃剂(十溴二苯乙烷 : 锑酸钠 =3/1) 28 份,

[0045] 空心玻璃微珠(密度 0.48g/cm³) 10 份,

[0046] 相容剂(POE-g-MAH) 12 份,

[0047] 抗氧剂(1010/168=1/2) 1 份,

[0048] 润滑剂(硅酮粉) 0.8 份;

[0049] 按上述重量份含量进行配料, PA66、阻燃剂、空心玻璃微珠、相容剂、其他助剂投入高速混合机中高速混匀, 控制高混机速度为 500rmp, 混合温度为 70℃, 混合 6min; 将混合物料下料至挤出机料斗, 玻璃纤维于挤出机玻纤口侧喂料口加入, 各区的温度都是控制温度在 260~270℃, 挤出机拉条切粒, 即可得到该组合物, 其机械性能测试见表 1。

[0050] 实施例 3

[0051] PA66 (粘度为 3.2) 100 份,

[0052] 无碱玻璃纤维(直径为 7 μm) 60 份,

[0053] 阻燃剂(溴代三嗪: 三聚氰胺多聚磷酸盐 =2/1) 20 份,

[0054] 空心玻璃微珠(密度 0.6g/cm³) 15 份,

[0055] 相容剂(EPDM-g-MAH) 18 份,

[0056] 抗氧剂(1098/168=1/2) 0.6 份,

[0057] 润滑剂(TAF) 1.0 份;

[0058] 按上述重量份含量进行配料, PA66、阻燃剂、空心玻璃微珠、相容剂、其他助剂投入高速混合机中高速混匀, 控制高混机速度为 600rmp, 混合温度为 80℃, 混合 5min; 将混合物料下料至挤出机料斗, 玻璃纤维于挤出机玻纤口侧喂料口加入, 各区的温度都是控制温度在 250~270℃, 挤出机拉条切粒, 即可得到该组合物, 其机械性能测试见表 1。

[0059] 表 1

[0060]

实施例	拉伸强 /Mpa	弯曲模量 /Mpa	简支梁缺口冲 击强度/KJ/m ²	简支梁无缺口 冲击强度/KJ/m ²	阻燃性能 3.2mm	密度
实施例 1	63.4	3256	9.8	40	V-1	1.17
实施例 2	121	4583	10.3	43	V-0	1.24
实施例 3	136	5646	13.2	67	V-0	1.34

[0061] 由表 1 可知, 空心玻璃微珠的加入, 显著降低了阻燃聚酰胺材料的密度, 符合当前对材料轻量化的需求有利于节能减排、建设资源节约型社会的需求, 有着重要的社会价值和经济价值。

[0062] 实施例 4

[0063] PA66 (粘度为 2.7) 100 份,

[0064] 无碱玻璃纤维(直径为 18 μm) 10 份,

[0065] 阻燃剂(十溴二苯乙烷: 锰酸钠 =3/1) 14 份,

[0066] 空心玻璃微珠(密度 0.5g/cm³) 15 份,

[0067] 相容剂(POE-g-MAH) 10 份,

[0068] 抗氧剂(1010/168=1/2) 0.9 份,

[0069] 润滑剂(硅酮粉) 0.6 份；

[0070] 按上述重量份含量进行配料，PA66、阻燃剂、空心玻璃微珠、相容剂、其他助剂投入高速混合机中高速混匀，控制高混机速度为 500rmp，混合温度为 70℃，混合 6min；将混合物料下料至挤出机料斗，玻璃纤维于挤出机玻纤口侧喂料口加入，各区的温度都是控制温度在 260~285℃，挤出机拉条切粒，即可得到该组合物。

[0071] 实施例 5

[0072] PA66 (粘度为 2.5) 100 份，

[0073] 无碱玻璃纤维(直径为 10 μ m) 20 份，

[0074] 阻燃剂(溴代三嗪：十溴二苯乙烷 =2/1) 20 份，

[0075] 空心玻璃微珠(密度 0.4g/cm³) 15 份，

[0076] 相容剂(PP-g-GMA) 18 份，

[0077] 抗氧剂(1098/168=1/2) 0.6 份，

[0078] 润滑剂(TAF) 1.0 份；

[0079] 按上述重量份含量进行配料，PA66、阻燃剂、空心玻璃微珠、相容剂、其他助剂投入高速混合机中高速混匀，控制高混机速度为 600rmp，混合温度为 80℃，混合 5min；将混合物料下料至挤出机料斗，玻璃纤维于挤出机玻纤口侧喂料口加入，各区的温度都是控制温度在 250~270℃，挤出机拉条切粒，即可得到该组合物。

[0080] 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。