



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103788618 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 14

(21) 申请号 201410016679. 3

C08K 3/04(2006. 01)

(22) 申请日 2014. 01. 14

F16J 15/00(2006. 01)

(71) 申请人 合肥通用机械研究院

地址 230031 安徽省合肥市蜀山区长江西路  
888 号

(72) 发明人 李鲲 杨家义 张杰 杨博峰

姚黎明 丁思云 李香 李凤成

沈宗沼 蔡粤华 吴兆山

(74) 专利代理机构 合肥和瑞知识产权代理事务

所(普通合伙) 34118

代理人 王挺

(51) Int. Cl.

C08L 71/10(2006. 01)

C08K 9/06(2006. 01)

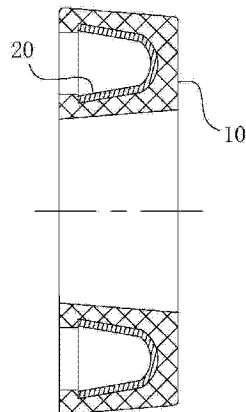
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

聚芳醚酮复合材料、其制备方法以及应用该材料的密封圈

(57) 摘要

本发明属于复合材料领域,具体涉及一种具备高韧性、自润滑、耐磨损、低硬度的聚芳醚酮复合材料,同时涉及制作该方法以及应用该材料的密封圈。本聚芳醚酮复合材料由92~95重量份的共聚芳醚酮树脂,5~8重量份的软碳;本复合材料还包括添加量为软碳重量0.8%~1.5%的硅烷偶联剂。本发明还披露了上述材料的简洁制作方法,主要包括表面处理;混合;干燥;热压、冷却、脱模工序。本发明还公开了由上述材料制作的密封圈,从而实现核工业设备指定部件的高效能密封效果。由本发明中的聚芳醚酮复合材料制得的密封圈,能够完全满足核工业领域高温、高压等特殊工况下的密封要求,防治核介质泄露,保障了人员和设备的安全。



1. 一种聚芳醚酮复合材料,其特征在于包括如下组成部分:

共聚芳醚酮树脂 92 ~ 95 重量份,

软碳 5 ~ 8 重量份,

硅烷偶联剂,其添加量为软碳重量的 0.8 ~ 1.5%。

2. 根据权利要求 1 所述的聚芳醚酮复合材料,其特征在于:所述共聚芳醚酮树脂的熔融黏度 350Pa. s,粒径 35 ~ 55  $\mu$  m,数均分子量 4 ~ 6 万。

3. 根据权利要求 1 所述的聚芳醚酮复合材料,其特征在于:所述软碳的粒径为 15 ~ 30  $\mu$  m,碳的重量含量  $\geq$  99%,水的重量含量  $<$  0.3%,灰分的重量含量  $<$  0.5%。

4. 根据权利要求 1 所述的聚芳醚酮复合材料,其特征在于:所述硅烷偶联剂为  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷。

5. 一种制备权利要求 1 或 2 或 3 或 4 所述的聚芳醚酮复合材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

1)、表面处理

取一定重量份已干燥的软碳粉,在搅拌机中搅拌,同时喷洒硅烷偶联剂溶液,硅烷偶联剂用量是软碳粉重量的 0.8 ~ 1.5%,硅烷偶联剂溶液中硅烷偶联剂的重量百分比数为 20%,乙醇的重量百分比数为 72%,水的重量百分比数为 8%;搅拌 15 ~ 20 分钟后取出,在 130 $^{\circ}$ C 温度下干燥,粉碎后过 200 ~ 300 目标准筛,得到表面处理后的软碳粉,待用;

2)、混合

向搅拌机中添加 92 ~ 95 重量份的共聚芳醚酮树脂和 5 ~ 8 重量份表面处理后的软碳粉,搅拌均匀后得混合料,取出待用;

3)、干燥

将步骤 2) 得到的混合料放到 130 $^{\circ}$ C 的烘箱中,干燥 1 ~ 2 小时;

4)、热压、冷却、脱模

将步骤 3) 中得到的干燥后的混合料加入热压机模具模腔中进行压制预成型,热压机的压力为 65 ~ 70MPa,保压加热,当物料温度达到 375 ~ 380 $^{\circ}$ C 时保温保压 35 ~ 50 分钟;然后加压到 80MPa,保温保压 5 分钟,压力保持在 80MPa,停止加热并自然冷却,当物料温度降到 100 $^{\circ}$ C 以下时,脱模取出得到聚芳醚酮复合材料。

6. 根据权利要求 5 所述的聚芳醚酮复合材料的制备方法,其特征在于:步骤 4) 中,所述热压机所在的热压房间温度控制在 18 ~ 23 $^{\circ}$ C 之间。

7. 一种应用权利要求 1 或 2 或 3 或 4 所述的聚芳醚酮复合材料的密封圈,其特征在于:包括以聚芳醚酮复合材料制作的密封圈本体(10),密封圈本体(10)横截面呈“U”字状,其开口方向同侧且平行密封圈本体(10)轴线方向布置;所述密封圈还包括用作加强层的支撑弹簧(20),所述支撑弹簧(20)埋设嵌合于密封圈本体(10)的“U”字状内腔中,且支撑弹簧(20)横截面呈与密封圈本体(10)横截面形状一致的“U”字状,两者开口方向同向布置。

## 聚芳醚酮复合材料、其制备方法以及应用该材料的密封圈

### 技术领域

[0001] 本发明属于复合材料领域,具体涉及一种具备高韧性、自润滑、耐磨损、低硬度的聚芳醚酮复合材料,同时涉及制作该方法以及应用该材料的密封圈。

### 背景技术

[0002] U形密封圈是一种唇形密封圈,可以安装在运动的活塞上,也可以安装在静止的壳体上,无需采用填料压盖或压环,可单个使用。U形密封圈是平衡型密封,内径和外径方向均能密封,而且随介质的压力变化,有自补偿密封功能。目前U形密封圈的材质多数是橡胶或复合橡胶类的,如聚氨酯橡胶、丁腈橡胶、氟橡胶、夹布橡胶等,橡胶类材料具有优异的弹性和自补偿密封功能,但摩擦系数较大,耐磨性较差,耐温等级不高。在核工业领域,设备使用的密封件经常遇到高温(最高工作温度 240℃)、辐射、高压、混合介质等恶劣工况,大部分橡胶密封件易老化变形,使用寿命短,无法满足密封要求,所以现在急需一种新材料来替代这些橡胶密封材料,以期使其具备耐辐射、耐高温、自润滑、耐磨损等诸多效能,来解决核工业设备的密封和泄露难题。

[0003] 聚芳醚酮是含有芳香基、醚基、酮基等官能团的特种高分子材料,这样的化学结构决定了其具有耐辐射、耐高温(长期使用温度高于 300℃)、高强度、高韧性等性能特点,可以满足核工业领域密封件的一些基本性能要求,但该类材料的硬度较大,自润滑性较差,易损伤对磨件,降低密封件的使用寿命,普通配方的聚芳醚酮复合材料虽然可以提高自润滑性能和耐磨性;但相关助剂的加入,会增加材料的脆性,大幅度降低材料的韧性和断裂伸长率(某牌号聚芳醚酮树脂的拉伸断裂伸长率为 30%,与其他材料复合改性后该值下降到 4.9%),影响密封补偿性能,不适合加工成 U 形密封圈。如何在不改变基体树脂高强度、高韧性、耐高温、耐辐射等优异性能的基础上,进一步改善该材料的自润滑性能和耐磨损性能,降低材料的硬度,以获得更高性能的材料和制造出满足高韧性、耐高温、耐辐射、耐磨损要求的 U 形密封圈,为本领域近十年来所亟待解决的技术难题。

### 发明内容

[0004] 本发明的其中一个目的即为克服上述现有技术的不足,提供一种聚芳醚酮复合材料,该材料具备高韧性、自润滑、耐磨损和低硬度性能,以解决核工业设备的密封和泄露难题;同时,本发明还披露了上述材料的制作方法,以能通过简洁的操作完成其材料制作流程;此外,本发明还公开了以上述材料制作的密封圈,从而实现核工业设备指定部件的高效密封效果。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0006] 一种聚芳醚酮复合材料,其包括如下组成部分:

[0007] 共聚芳醚酮树脂 92 ~ 95 重量份,

[0008] 软碳 5 ~ 8 重量份,

[0009] 硅烷偶联剂,其添加量为软碳重量的 0.8 ~ 1.5%。

- [0010] 所述共聚芳醚酮树脂的熔融黏度 350Pa. s, 粒径 35 ~ 55  $\mu$  m, 数均分子量 4-6 万。
- [0011] 所述软碳的粒径为 15 ~ 30  $\mu$  m, 碳的重量含量  $\geq$  99%, 水的重量含量  $<$  0.3%, 灰分的重量含量  $<$  0.5%。
- [0012] 所述硅烷偶联剂为  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷。
- [0013] 一种制备上述聚芳醚酮复合材料的制备方法, 包括以下步骤:
- [0014] 1)、表面处理
- [0015] 取一定重量份已干燥的软碳粉, 在搅拌机中搅拌, 同时喷洒硅烷偶联剂溶液, 硅烷偶联剂用量是软碳粉重量的 0.8 ~ 1.5%, 硅烷偶联剂溶液中硅烷偶联剂的重量百分比数为 20%, 乙醇的重量百分比数为 72%, 水的重量百分比数为 8%; 搅拌 15 ~ 20 分钟后取出, 在 130 $^{\circ}$ C 温度下干燥, 粉碎后过 200 ~ 300 目标准筛, 得到表面处理后的软碳粉, 待用;
- [0016] 2)、混合
- [0017] 向搅拌机中添加 92 ~ 95 重量份的共聚芳醚酮树脂和 5 ~ 8 重量份表面处理后的软碳粉, 搅拌均匀后得混合料, 取出待用;
- [0018] 3)、干燥
- [0019] 将步骤 2) 得到的混合料放到 130 $^{\circ}$ C 的烘箱中, 干燥 1 ~ 2 小时;
- [0020] 4)、热压、冷却、脱模
- [0021] 将步骤 3) 中得到的干燥后的混合料加入热压机模具模腔中进行压制预成型, 压机的压力为 65 ~ 70MPa, 保压加热, 当物料温度达到 375 ~ 380 $^{\circ}$ C 时保温保压 35 ~ 50 分钟; 然后加压到 80MPa, 保温保压 5 分钟, 压力保持在 80MPa, 停止加热并自然冷却, 当物料温度降到 100 $^{\circ}$ C 以下时, 脱模取出得到聚芳醚酮复合材料。
- [0022] 步骤 4) 中, 热压机所在的热压房间温度控制在 18 ~ 23 $^{\circ}$ C 之间。
- [0023] 一种应用上述聚芳醚酮复合材料的密封圈, 包括以聚芳醚酮复合材料制作的密封圈本体, 密封圈本体横截面呈“U”字状, 其开口方向同侧且平行密封圈本体轴线方向布置; 所述密封圈还包括用作加强层的支撑弹簧, 所述支撑弹簧埋设嵌合于密封圈本体的“U”字状内腔中, 且支撑弹簧横截面呈与密封圈本体横截面形状一致的“U”字状, 两者开口方向同向布置。
- [0024] 本发明的主要优点在于:
- [0025] 1)、本发明通过以共聚芳醚酮树脂作为基体材料; 利用聚芳醚酮树脂本身作为耐高温特种工程塑料的特性, 通过其材料自身具备的优异的物理机械性能和耐化学腐蚀性能, 同时耐温等级高、可长期使用温度在 300 $^{\circ}$ C 以上、蠕变性小、高韧性、耐疲劳性可与合金材料媲美等诸多优点, 从而保证将其制作为密封圈后的其各项能力均可满足实际所需; 此外的, 以软碳粉作为自润滑剂, 以利于降低复合材料的摩擦系数, 改善工作面的摩擦形态, 降低材料的表面硬度。由于软碳属于无机类材料, 与聚芳醚酮相容性较差, 需要通过表面处理提高二者间的界面力和结合效果, 以最大程度改善摩擦面的润滑状态, 提高复合材料的自润滑性和耐磨性。简言之, 以上配方设计, 一方面通过选用高韧性、耐辐射、耐高温的聚芳醚酮树脂为主要基体; 另一方面通过选用软碳粉, 降低复合材料的摩擦系数和硬度, 改善工作面的摩擦形态, 最终达到提高复合材料自润滑性和耐磨性的目的, 以制造出高韧性、自润滑、耐磨损、低硬度的聚芳醚酮复合材料, 用以取代目前橡胶材料, 在核工业领域高温、高压等特殊工况下, 其制成的密封圈能够完全满足密封要求, 防治核介质泄露, 保障人员和设备

的安全。

[0026] 2)、与普通配方的聚芳醚酮复合材料相比,本发明的复合材料在保持了基体树脂的耐辐射、耐高温、高强度、高韧性的基础上,又增加了材料的自润滑性能和耐磨损性能,降低了材料的硬度,解决了聚芳醚酮复合材料高韧性(较高的拉伸断裂伸长率)和优异耐磨性不能并存的难题,突破了技术壁垒;其制备方法简便可行,制作过程清晰,可有效的提升该材料的实际制造效率。

[0027] 3)、密封圈唇形结构,保证了其在密封时,一方面依靠自身材质提供其以高韧性、自润滑、耐磨损、低硬度等诸多性能;另一方面,通过金属弹簧的布置,保证了其密封受力时的高抗力性,确保其不至于因受外力压迫而出现自身大幅度形变,从而影响其自身密封能力的现象发生;其整体结构实用性高,工作可靠稳定,使用寿命亦可得到有效保证。

### 附图说明

[0028] 图1为本发明的结构剖视图。

[0029] 附图中标号与各部件对应关系如下:

[0030] 10- 密封圈本体            20- 支撑弹簧

### 具体实施方式

[0031] 为便于理解,此处通过以下通过具体实施方式,以对本发明作进一步说明:

[0032] 下述实施例中使用的本发明各原料参数为:

[0033] 共聚芳醚酮树脂的熔融黏度 350Pa. s, 粒径 35 ~ 55  $\mu$  m, 数均分子量 4 ~ 6 万。

[0034] 软碳的粒径 15 ~ 30  $\mu$  m, 碳的重量含量  $\geq$  99%, 水的重量含量  $<$  0.3%, 灰分的重量含量  $<$  0.5%。

[0035] 实施例 1:

[0036] 1)、表面处理

[0037] 取 5 重量份的软碳粉,在搅拌机中搅拌,同时喷洒  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂溶液, $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂用量是软碳粉重量的 1%, $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂溶液中  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂的重量百分比数为 20%,乙醇的重量百分比数为 72%,水的重量百分比数为 8%;搅拌 15 ~ 20 分钟后取出,在 130 $^{\circ}$ C 温度下干燥 2 小时,粉碎后过 200 ~ 300 目标标准筛,得到表面处理后的软碳粉,待用。

[0038] 2)、混合

[0039] 向搅拌机中添加 95 重量份的共聚芳醚酮树脂和 5 重量份的表面处理后的软碳粉,搅拌均匀后得混合料,取出待用。

[0040] 3)、干燥

[0041] 将步骤 2) 得到的混合料放到 130 $^{\circ}$ C 的烘箱中,干燥 1 ~ 2 小时。

[0042] 4)、热压、冷却、脱模

[0043] 将步骤 3) 得到的干燥后的混合料加入热压机模具模腔中进行压制预成型,压机的压力为 70MPa,注意排气,保压加热;当物料温度达到 380 $^{\circ}$ C 时保温保压 35 分钟,然后加压到 80MPa,保温保压 5 分钟,压力保持在 80MPa,停止加热并自然冷却,当物料温度降到 100 $^{\circ}$ C 以下时,脱模取出,室温静置 12 小时,得到聚芳醚酮复合材料。通过机械加工制得相关试验

件,并进行相关的性能测试。

[0044] 实施例 2:

[0045] 1)、表面处理

[0046] 取 8 重量份的软碳粉,在搅拌机中搅拌,同时喷洒  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂溶液, $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂用量是软碳粉重量的 1%, $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂溶液中  $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂的重量百分比数为 20%,乙醇的重量百分比数为 72%,水的重量百分比数为 8%;搅拌 15 ~ 20 分钟后取出,在 130℃ 温度下干燥 2 小时,粉碎后过 200 ~ 300 目标准筛,得到表面处理后的软碳粉,待用。

[0047] 2)、混合

[0048] 向搅拌机中添加 92 重量份的共聚芳醚酮树脂和 8 重量份的表面处理后的软碳粉,搅拌均匀后得混合料,取出待用。

[0049] 3)、干燥

[0050] 将步骤 2) 得到的混合料放到 130℃ 的烘箱中,干燥 1 ~ 2 小时。

[0051] 4)、热压、冷却、脱模

[0052] 将步骤 3) 得到的干燥后的混合料加入热压机模具模腔中进行压制预成型,压机的压力为 70MPa,注意排气,保压加热;当物料温度达到 380℃ 时保温保压 40 分钟,然后加压到 80MPa,保温保压 5 分钟,压力保持在 80MPa,停止加热并自然冷却,当物料温度降到 100℃ 以下时,脱模取出,室温静置 12 小时,得到聚芳醚酮复合材料。通过机械加工制得相关试验件进行相关的性能测试。

[0053] 对比例 1:纯聚芳醚酮树脂

[0054] 取一定量干燥后的纯聚芳醚酮树脂粉末,放在热压机模具中,加压到 70MPa,注意排气,保压加热;当物料温度达到 380℃ 时,保温保压 35 分钟,再继续加压到 80MPa,保温保压 5 分钟,停止加热,压力不变,当物料温度降到 100℃ 以下时,脱模取出毛坯。室温停放 12 小时,再通过机械加工制得相关试验件,进行相关的性能测试。

[0055] 对比例 2:普通配方的聚芳醚酮复合材料

[0056] 按照目前通用配方,取 75 重量份的共聚芳醚酮树脂、10 重量份悬浮聚四氟乙烯树脂和 15 重量份的软碳粉在搅拌机中均匀混合,放在热压机模具中,加压到 70MPa,注意排气,保压加热;当物料温度达到 380℃ 时,保温保压 40 分钟,再继续加压到 80MPa,保温保压 5 分钟,停止加热,压力不变,当物料温度降到 100℃ 以下时,脱模取出复合材料毛坯。室温停放 12 小时,再通过机械加工制得相关试验件,进行相关的性能测试。

[0057] 将实施例 1、2 和对比例 1、2 制得的聚芳醚酮材料加工成试验件,按照国家标准的测试要求,进行各材料的性能测试,测试结果见表 1。

[0058] 表 1 聚芳醚酮材料的性能测试结果

[0059]

性能名称	单位	测试标准	实施例 1 (95/5)	实施例 2 (92/8)	对比例 1 (100)	对比例 2 (75/10/15)
密度	g/cm <sup>3</sup>	GB 1033.1-2008	1.33	1.35	1.32	1.4
拉伸强度	MPa	GB/T 1040.2-2006	95	92	105	85
拉伸断裂伸长率	%	GB/T 1040.2-2006	25	24	30	4.8
弯曲强度	MPa	GB/T 9341-2000	175	185	160	186
压缩强度	MPa	GB/T 1041-2008	148	160	145	190
摩擦系数		GB 3960-1983	0.22	0.21	0.25	0.19
磨痕宽度	mm	GB 3960-1983	4.75	4.25	5.61	4.82
硬度	邵氏 D	GB/T 2411-2008	84	82	85	82

[0060] 由表 1 可以看出,本发明聚芳醚酮复合材料(实施例 2)与纯聚芳醚酮材料(对比例 1)相比,摩擦系数更小,磨痕宽度更窄,硬度更低,同时材料的断裂伸长率依然保持在 20% 以上,具备较好的韧性;与普通配方聚芳醚酮复合材料(对比例 2)相比,虽然摩擦系数较大,但磨痕宽度窄,具备较好的耐磨性,而且具有更好的弹韧性,材料的断裂伸长率更高。由以上测试结果表明,本发明聚芳醚酮复合材料具备高韧性、自润滑、耐磨损、低硬度等性能特点,适合加工成 U 形密封圈,在核工业领域可获得广泛应用。

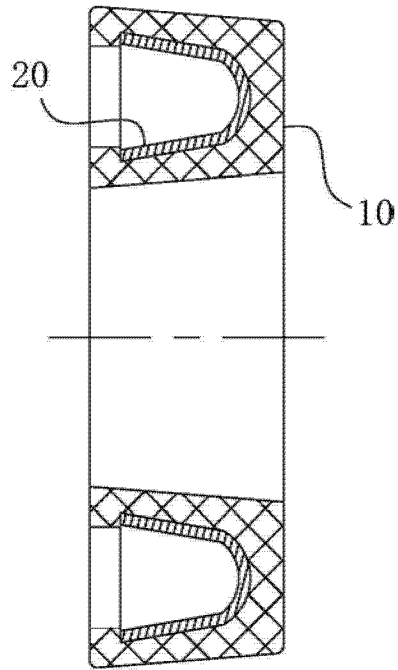


图 1