

[19]中华人民共和国专利局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96111600.5

[51]Int.Cl⁶

B29B 7/48

B29B 7/90

// B29K303:08,81:00

[43]公开日 1998年5月13日

[11] 公开号 CN 1181304A

[22]申请日 96.11.1

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022吉林省长春市人民大街159号

[72]发明人 杨宇明 李滨耀 张 劲
黄定海 庄国庆 殷敬华

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 聚芳醚砜/无机粒子复合材料的制备

[57]摘要

本发明属于无机粒子填充聚芳醚砜复合材料的制备方法。本发明采用单体反应物聚合型聚酰亚胺的醇溶液，包括甲醇和乙醇，对硅灰石和碳酸钙粒子进行表面包覆改性，使聚酰亚胺在无机粒子表面聚合形成耐 350℃ 以上高温的交联网络，经熔融挤出加工后，制备出的聚芳醚砜复合材料筒支梁无缺口冲击强度为 49KJ/m² 以上，拉伸断裂伸长率 16.3% 以上，拉伸强度为 100MPa。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 一种聚芳醚砜/无机粒子复合材料的制备方法, 其特征在于采用单体反应物聚合型聚酰亚胺的醇溶液, 其聚酰亚胺的重量组成 1 ~ 2 份, 溶剂为甲醇、乙醇, 浓度为 50 %, 选硅灰石或碳酸钙 99 ~ 98 份, 在高速搅拌状态下进行混合, 然后, 在烘箱中于 100 °C 下保持 1 小时, 150 °C 下保持 2 小时, 300 °C 下保持 8 小时进行聚酰亚胺的化学合成和交联反应, 将重量含量为 2.5~5% 的硅灰石或碳酸钙和 97.5~95% 的聚芳醚砜粉料经高速搅拌均匀后, 送入双螺杆挤出机中熔融共混, 制得的聚芳醚砜复合材料的简支梁无缺口冲击强度为 49 KJ/m² 以上, 拉伸断裂伸长率 16.3 % 以上, 拉伸强度为 100MPa。

说 明 书

聚芳醚砜/无机粒子复合材料的制备

本发明属于无机粒子填充聚芳醚砜复合材料的制备方法。

以无机粒子填充聚合物，可在降低成本的同时，明显改善聚合物材料的刚性、韧性、耐热性以及耐老化性等性能。要实现这些性能的改善，关键是界面复合技术，通常采用偶联剂来处理无机粒子的表面，使其与聚合物间形成良好的界面粘结。对于一般工程塑料而言，采用硅烷类、钛酸酯类或铝酸酯类偶联剂处理无机粒子表面是十分有效的，这些偶联剂的分子结构特征表现为一端亲高聚物，另一端亲无机粒子。

对于聚芳醚砜这类特种工程塑料来说，由于其加工温度极高，要求在 300℃ 以上的加工过程中，无机粒子的表面处理剂能够保持稳定而不发生分解。但是，目前尚未发现耐 300℃ 以上高温的偶联剂，而且也没有无机粒子增韧改性特种工程塑料方面的文献报导。

本发明的目的是采用单体反应物聚合型聚酰亚胺的醇溶液，包括甲醇和乙醇，对硅灰石和碳酸钙粒子进行表面包覆改性，使聚酰亚胺在无机粒子表面聚合成耐 350℃ 以上高温的交联网络，经熔融挤出加工后，制备出物理机械性能得到改善的填充聚芳醚砜复合材料。

本发明采用聚酰亚胺的重量组成 1~2 份，溶剂为甲醇、乙醇，浓度为 50%，制备聚酰亚胺单体的醇溶液，选硅灰石或碳酸钙 99 ~ 98 份，在高速搅拌状态下进行混合，然后，在烘箱中于 100℃ 下保持 1 小时，150℃ 下保持 2 小时，300℃ 下保持 8 小时进行聚酰亚胺的化学合成和交联反应，将重量含量为 2.5~5% 的硅灰石或碳酸钙和 97.5~95% 的聚芳醚砜粉料经高速搅拌均匀后，送入双螺杆挤出机中熔融共混，制得的聚芳醚砜复合材料的简支梁无缺口冲击强度为 49 KJ/m² 以上，拉伸断裂伸长率 16.3 % 以上；拉伸强度为 100MPa。

本发明由于对硅灰石和碳酸钙粒子进行表面包覆改性，使制得的聚芳醚砜复合材料的简支梁无缺口冲击强度由聚芳醚砜的 40KJ/m² 提高到 49KJ/m² 以上，拉伸断裂伸长率由 15 % 提高到 16.3 % 以上，因此制得的聚芳醚砜复合材料具有低成本和高性能化兼顾的特点。

本发明提供的实施例如下:

实施例 1:

用 2 份的聚酰亚胺单体溶液, 溶剂为甲醇, 浓度为 50%, 滴入高速搅拌状态下 98 份的硅灰石中, 经 30 分钟混匀后取出, 送入烘箱中, 在 100 °C 下保持 1 小时, 150 °C 下保持 2 小时, 300 °C 下保持 8 小时, 使聚酰亚胺在硅灰石粒子表面聚合成交联网络。

将 2.5 份经上述处理的硅灰石与 97.5 份的聚芳醚砜粉料在高搅机中混匀, 经双螺杆挤出机挤出造粒, 得到聚芳醚砜/硅灰石复合材料, 该材料的简支梁无缺口冲击强度为 65KJ/m², 拉伸断裂伸长率为 18.3 %, 拉伸强度为 100MPa。

实施例 2:

用 1 份的聚酰亚胺单体溶液, 溶剂为乙醇, 浓度为 50%, 滴入高速搅拌状态下 99 份的超细碳酸钙中, 经 30 分钟混匀后取出, 送入烘箱中, 在 100 °C 下保持 1 小时, 150 °C 下保持 2 小时, 300 °C 下保持 8 小时, 使聚酰亚胺在碳酸钙粒子表面聚合成交联网络。

将 2.5 份经上述处理的碳酸钙与 97.5 份的聚芳醚砜粉料在高搅机中混匀, 经双螺杆挤出机挤出造粒, 得到聚芳醚砜/碳酸钙复合材料。该材料的简支梁无缺口冲击强度为 60KJ/m², 拉伸断裂伸长率为 18 %, 拉伸强度为 100MPa。

实施例 3:

用 2 份的聚酰亚胺单体溶液, 溶剂为甲醇, 浓度为 50%, 滴入高速搅拌状态下 98 份的硅灰石中, 经 30 分钟混匀后取出, 送入烘箱中, 在 100 °C 下保持 1 小时, 150 °C 下保持 2 小时, 300 °C 下保持 8 小时, 使聚酰亚胺在硅灰石粒子表面聚合成交联网络。

将 5 份经上述处理的硅灰石与 95 份的聚芳醚砜粉料在高搅机中混匀, 经双螺杆挤出机挤出造粒, 得到聚芳醚砜/硅灰石复合材料, 该材料的简支梁无缺口冲击强度为 49KJ/m², 拉伸断裂伸长率为 16.3 %, 拉伸强度为 103MPa。