

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利申请公开说明书

C08J 5/04

C08L 79/02

[21] 申请号 96114796.2

[43]公开日 1998年7月1日

[11] 公开号 CN 1186086A

[22]申请日 96.12.26

[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 庄国庆 张家学 邹羽 杨宇明
张延 李滨耀 殷敬华

权利要求书 1 页 说明书 2.0 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 聚己二酸己二胺复合材料的制备方法

[57]摘要

本发明属于聚己二酸己二胺复合材料的制备方法。

本发明采用天然矿物短纤维添加到聚己二酸己二胺中，经表面改性处理、混合、塑化、挤出、切粒得到一种高强度、高耐热的复合材料，并使天然矿物短纤维的填充重量百分比达到 60%。除上述优点外，还具有加工工艺简单，原料来源容易，成本低的特点，有利于推广应用。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 一种聚己二酸己二胺复合材料的制备方法, 其特征在于采用的天然矿物短纤维的主要化学组成是: SiO_2 34~58%, MgO 18~24%, CaO 13~15%。其比重为 2.6~2.8, 莫氏硬度为 5.0~5.5, 粒度小于 74 微米, 复合材料的重量组成为: 聚己二酸己二胺 40~95 份, 天然矿物短纤维 60~5 份, 硅烷类或酞酸酯类偶联剂 0.9~0.025 份, 制备过程为: 将天然矿物短纤维放入高速混合机中, 先用低速 750 转/分, 混合 2~4 分钟, 然后滴入偶联剂, 再高速 2500 转/分, 混合 8~12 分钟, 然后加入聚己二酸己二胺低速混合 4~8 分钟后, 得预混物, 将该预混物在双螺杆挤出机中塑化、共混、挤出, 双螺杆挤出机料筒温度为 240~270 $^{\circ}\text{C}$, 螺杆转速 80~100 转/分钟, 挤出物经切粒得到长 3~5 毫米、直径 2~3 毫米的颗粒状聚己二酸己二胺复合材料, 复合材料的拉伸强度为 75.50 ~ 95.10 MPa, 弯曲强度为 136.6 ~168.7 MPa, 弯曲模量为 3.05 ~6.50 GPa, 热变形温度为 230~250 $^{\circ}\text{C}$ 。

说 明 书

聚己二酸己二胺复合材料的制备方法

本发明属于聚己二酸己二胺复合材料的制备方法。

聚己二酸己二胺是一种热性高聚物。以这种高聚物为基体，连续纤维、短纤维为增强剂，可制备出一类聚己二酸己二胺基复合材料。其中，短纤维增强剂品种很多，包括有机的和无机的，天然的和合成的。但已公开的用于制备聚合物基复合材料的天然矿物短纤维仅有硅灰石。HONG-LIE LUO等(*Journal of Applied Polymer Science*, Vol.28, 3387~3398, 1983)公开了采用双螺杆挤出机共混、经硅烷类和酞酸酯类偶联剂处理的硅灰石填充聚己内酰胺所制备的复合材料的方法和力学性能，在复合材料中，硅灰石重量含量为 50%，但对复合材料的拉伸强度的提高幅度小于 10%。

本发明的目的是采用天然矿物短纤维添加到聚己二酸己二胺中，经表面改性处理、混合、塑化、挤出、切粒得到一种高强度、高耐热的复合材料，并使天然矿物短纤维的填充重量百分比达到 60%。

本发明基于纤维状材料对聚合物有增强作用这一基本原理，选择了一种长径比 5:1~25:1 的天然矿物短纤维做为增强剂，并进行表面改性处理以改善界面粘结，添加到聚己二酸己二胺中而达到增强效果。

本发明所采用的天然矿物短纤维的主要化学组成是： SiO_2 34~58%， MgO 18~24%， CaO 13~15%。其比重为 2.6~2.8，莫氏硬度为 5.0~5.5，粒度小于 74 微米，复合材料的重量组成为：聚己二酸己二胺 40~95 份，天然矿物短纤维 60~5 份，硅烷类或酞酸酯类偶联剂 0.9~0.025 份，制备过程为：将天然矿物短纤维放入高速混合机中，先用低速 750 转/分，混合 2~4 分钟，然后滴入偶联剂，再高速 2500 转/分，混合 8~12 分钟，然后加入聚己二酸己二胺低速混合 4~8 分钟后，得预混物，将该预混物在双螺杆挤出机中塑化、共混、挤出，双螺杆挤出机料筒温度为 240~270 $^{\circ}\text{C}$ ，螺杆转速 80~100 转/分钟，挤出物经切粒得到长 3~5 毫米、直径 2~3 毫米

的颗粒状聚己二酸己二胺复合材料，复合材料的拉伸强度为 75.50 ~ 95.10 MPa, 弯曲强度为 136.6 ~168.7 MPa, 弯曲模量为 3.05 ~6.50 GPa, 热变形温度为 230~250 ℃。

本发明聚己二酸己二胺复合材料具有力学性能高，耐热性好，加工工艺简单，原料来源容易，成本低的特点，有利于推广应用。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1.

将粒度为 74 微米的天然矿物短纤维 5 份 (重量份数, 以下相同) 放入高速混合机中, 先低速混合 2 分钟后, 滴入 0.025 份酞酸酯类偶联剂, 高速混合 8 分钟, 再加入 95 份聚己二酸己二胺低速混合 4 分钟得预混料, 将该预混料加入双螺杆挤出机中, 料筒温度为: 一段 240~245 ℃, 二段 248~254 ℃, 三段 258~262 ℃, 机头 260~265 ℃, 螺杆转速 100 转/分, 将挤出物切粒得聚己二酸己二胺复合材料, 其性能如下: 拉伸强度 90.13 MPa, 弯曲强度 148.6 MPa, 弯曲模量 3.15 GPa, 热变形温度 232 ℃。

实施例 2.

将粒度为 5 微米的天然矿物短纤维 60 份 (重量份数, 以下相同) 放入高速混合机中, 先低速混合 4 分钟后, 滴入 0.9 份硅烷类偶联剂, 高速混合 12 分钟, 再加入 40 份聚己二酸己二胺低速混合 8 分钟得预混料, 将该预混料加入双螺杆挤出机中, 料筒温度为: 一段 245~250 ℃, 二段 255~260 ℃, 三段 260~268 ℃, 机头 265~270 ℃, 螺杆转速 80 转/分, 将挤出物切粒得聚己二酸己二胺复合材料, 其性能如下: 拉伸强度 95.10 MPa, 弯曲强度 161.7 MPa, 弯曲模量 6.20 GPa, 热变形温度 250 ℃。