



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106084766 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(21)申请号 201610389510.1

C08K 7/14(2006.01)

(22)申请日 2016.06.06

C08K 3/30(2006.01)

(71)申请人 淮南曹庵润龙塑业有限公司

C08K 5/19(2006.01)

地址 232065 安徽省淮南市田区曹庵镇

C08K 3/38(2006.01)

(72)发明人 徐良建 张群

C08K 5/12(2006.01)

(74)专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理  
有限公司 34112

C08K 5/20(2006.01)

代理人 刘跃

C08K 3/22(2006.01)

(51)Int.Cl.

C08K 5/09(2006.01)

C08L 77/06(2006.01)

C08L 27/06(2006.01)

C08L 5/08(2006.01)

C08L 25/06(2006.01)

C08K 13/06(2006.01)

C08K 9/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种树脂共混尼龙模具材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种树脂共混尼龙模具材料，它是由下述重量份的原料组成的：聚氯乙烯糊树脂10-14、壳聚糖0.3-1、尼龙66100-130、二甲基甲酰胺110-140、二硫化钼4-6、氯化锂0.1-0.2、聚苯乙烯2-3、玻璃纤维20-30、十六烷基三甲基溴化铵0.7-1、四硼酸钾0.1-0.2、邻苯二甲酸丁苄酯2-3、二乙醇酰胺0.5-1、二氧化钛2-3、N,N-二乙基苯胺0.3-0.4、硬脂酸1-2。本发明加入的机改性二硫化钼可以分散在聚合物基体中，有效的提高材料的热稳定性，同时二硫化钼在热降解过程中会释放出不燃性气体二氧化硫，其稀释作用可以提高材料阻燃性能。

1. 一种树脂共混尼龙模具材料,其特征在于,它是由下述重量份的原料组成的:

聚氯乙烯糊树脂10-14、壳聚糖0.3-1、尼龙66100-130、二甲基甲酰胺110-140、二硫化钼4-6、氯化锂0.1-0.2、聚苯乙烯2-3、玻璃纤维20-30、十六烷基三甲基溴化铵0.7-1、四硼酸钾0.1-0.2、邻苯二甲酸丁苄酯2-3、二乙醇酰胺0.5-1、二氧化钛2-3、N,N-二乙基苯胺0.3-0.4、硬脂酸1-2。

2. 一种如权利要求1所述的树脂共混尼龙模具材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 取上述氯化锂,加入到其重量800-1000倍的去离子水中,搅拌溶解,加入上述二硫化钼,超声处理1-2小时,超声功率为300-400w,静置40-52小时,过滤,取上述二甲基甲酰胺重量的30-40%,加入上述过滤得到的沉淀,在1500-1600/分的转速下分散5-7分钟,得剥离二硫化钼悬浮液;

(2) 将上述十六烷基三甲基溴化铵、壳聚糖混合,加入到混合料重量100-120倍的去离子水中,搅拌均匀,得溶解液;

(3) 将上述剥离二硫化钼悬浮液加热到30-40℃,滴加上述溶解液,滴加完毕后保温反应7-8小时,4000-5000转/分搅拌7-10分钟,过滤,将沉淀分别用15-20%的醋酸溶液、无水乙醇洗涤3-4次,在60-65℃下干燥20-26小时,得有机改性二硫化钼;

(4) 将上述二氧化钛、有机改性二硫化钼混合,加入到混合料重量10-13倍的无水乙醇中,磁力搅拌1-2分钟,加入上述N,N-二乙基苯胺,升高温度为60-70℃,保温搅拌4-7分钟,过滤,将沉淀水洗,在70-80℃下真空干燥1-2小时,得复合有机改性二硫化钼;

(5) 取剩余二甲基甲酰胺重量的30-40%,加入聚苯乙烯,搅拌均匀;

(6) 取上述复合有机改性二硫化钼,加入到剩余的二甲基甲酰胺中,超声分散3-4小时,加入上述聚苯乙烯的二甲基甲酰胺溶液,搅拌混合10-15小时,倒入聚四氟乙烯容器中,送入100-105℃的烘箱中干燥20-25小时,升高烘箱温度为130-135℃,继续干燥10-13小时,出料,将得到的固形物粉碎,得改性复合材料;

(7) 将上述硬脂酸加入到其重量3-4倍的无水乙醇中,搅拌均匀,加入邻苯二甲酸丁苄酯,升高温度为60-70℃,滴加浓度为96-98%的硫酸,调节pH为1-2,搅拌反应30-40分钟,加入聚氯乙烯糊树脂,送入100-110℃的油浴中,保温搅拌10-14分钟,出料,加入上述二乙醇酰胺,搅拌至常温,得改性聚氯乙烯糊树脂;

(8) 将上述改性复合材料与改性聚氯乙烯糊树脂混合,在80-90℃下预热搅拌6-10分钟,与剩余各原料混合,搅拌均匀,送入注塑机中,加热熔融,将熔融后的流体通过喷嘴注入到模具中,模具的初始温度保持在130-150℃,注模后在80-90MPa下保压1-2s,冷却,脱模,即得所述尼龙模具材料。

## 一种树脂共混尼龙模具材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及模具材料技术领域,尤其涉及一种树脂共混尼龙模具材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 模具作为现代工业生产不可缺少的工装,在生产中起着决定性的作用,目前的模具大多采用金属材质,金属模具的质量和寿命都很高,但其制作成本昂贵,尤其是一些外形复杂、难成形的金属模具,制作过程极为复杂,很多金属材质同时还存在加工困难,加工周期长,而且模具磨损后修复时间较长的缺陷;

随着工业的飞速发展,聚合物复合材料强度和精度等方面的不断提高,使其制品的应用范围也在不断扩大,相对于金属材料而言,聚合物复合材料制作成本低廉,易成型,加工周期短,修复时间短,这些优点使得它在模具领域具有巨大的潜力;

二硫化钼纳米片层具有较低的导热性,为二硫化钼在聚合物材料热解和燃烧过程中发挥片层阻隔效应提供保障;与此同时,过渡金属元素钼的存在可以促进聚合物基体形成致密结实炭层,能够有效阻止火焰和聚合物基体之间的物质和能量交换,抑制聚合物的降解,最终提高聚合物材料的阻燃性能。另外,含钼化合物作为多种聚合物如PA、PVC、PS、HIPS、ABS、聚烯烃和含卤聚酯的抑烟剂,可以减少聚合物材料燃烧时烟以及CO的生成量,降低材料的火灾危险性,为火灾救援赢得宝贵时间;

目前国内外针对二硫化钼与聚合物复合材料的文献报道主要集中在复合材料的导电性以及摩擦性能等方面,很少涉及到材料的热性能与火灾安全性能,因此,系统的开展二硫化钼及其衍生物在聚合物阻燃材料方面的应用研究,对开发新型阻燃剂,充实和完善聚合物阻燃体系,具有重大的现实意义。

[0003] 然而,目前二硫化钼基聚合物纳米复合材料的研究存在很多棘手的难题。例如二硫化钼的高效剥离、二硫化钼纳米片层在聚合物基体中的分散以及单一的二硫化钼纳米片层可能存在阻燃效率不高等问题;

因此,为了解决上述问题,本发明探索、设计高效的二硫化钼剥离方法;利用有机分子改性二硫化钼纳米片层以提高其在聚合物基体中的分散性;从分子设计的角度出发,在二硫化钼片层表面接枝有机阻燃剂和负载无机金属化合物纳米颗粒,合成功能化二硫化钼材料。

### 发明内容

[0004] 本发明目的就是为了弥补已有技术的缺陷,提供一种树脂共混尼龙模具材料及其制备方法。

[0005] 本发明是通过以下技术方案实现的:

一种树脂共混尼龙模具材料,它是由下述重量份的原料组成的:

聚氯乙烯糊树脂10-14、壳聚糖0.3-1、尼龙66100-130、二甲基甲酰胺110-140、二硫化

钼4-6、氯化锂0.1-0.2、聚苯乙烯2-3、玻璃纤维20-30、十六烷基三甲基溴化铵0.7-1、四硼酸钾0.1-0.2、邻苯二甲酸丁苄酯2-3、二乙醇酰胺0.5-1、二氧化钛2-3、N,N-二乙基苯胺0.3-0.4、硬脂酸1-2。

[0006] 一种所述的树脂共混尼龙模具材料的制备方法，包括以下步骤：

(1)取上述氯化锂，加入到其重量800-1000倍的去离子水中，搅拌溶解，加入上述二硫化钼，超声处理1-2小时，超声功率为300-400w，静置40-52小时，过滤，取上述二甲基甲酰胺重量的30-40%，加入上述过滤得到的沉淀，在1500-1600/分的转速下分散5-7分钟，得剥离二硫化钼悬浮液；

(2)将上述十六烷基三甲基溴化铵、壳聚糖混合，加入到混合料重量100-120倍的去离子水中，搅拌均匀，得溶解液；

(3)将上述剥离二硫化钼悬浮液加热到30-40℃，滴加上述溶解液，滴加完毕后保温反应7-8小时，4000-5000转/分搅拌7-10分钟，过滤，将沉淀分别用15-20%的醋酸溶液、无水乙醇洗涤3-4次，在60-65℃下干燥20-26小时，得有机改性二硫化钼；

(4)将上述二氧化钛、有机改性二硫化钼混合，加入到混合料重量10-13倍的无水乙醇中，磁力搅拌1-2分钟，加入上述N,N-二乙基苯胺，升高温度为60-70℃，保温搅拌4-7分钟，过滤，将沉淀水洗，在70-80℃下真空干燥1-2小时，得复合有机改性二硫化钼；

(5)取剩余二甲基甲酰胺重量的30-40%，加入聚苯乙烯，搅拌均匀；

(6)取上述复合有机改性二硫化钼，加入到剩余的二甲基甲酰胺中，超声分散3-4小时，加入上述聚苯乙烯的二甲基甲酰胺溶液，搅拌混合10-15小时，倒入聚四氟乙烯容器中，送入100-105℃的烘箱中干燥20-25小时，升高烘箱温度为130-135℃，继续干燥10-13小时，出料，将得到的固形物粉碎，得改性复合材料；

(7)将上述硬脂酸加入到其重量3-4倍的无水乙醇中，搅拌均匀，加入邻苯二甲酸丁苄酯，升高温度为60-70℃，滴加浓度为96-98%的硫酸，调节pH为1-2，搅拌反应30-40分钟，加入聚氯乙烯糊树脂，送入100-110℃的油浴中，保温搅拌10-14分钟，出料，加入上述二乙醇酰胺，搅拌至常温，得改性聚氯乙烯糊树脂；

(8)将上述改性复合材料与改性聚氯乙烯糊树脂混合，在80-90℃下预热搅拌6-10分钟，与剩余各原料混合，搅拌均匀，送入注塑机中，加热熔融，将熔融后的流体通过喷嘴注入到模具中，模具的初始温度保持在130-150℃，注模后在80-90MPa下保压1-2s，冷却，脱模，即得所述尼龙模具材料。

[0007] 本发明的优点是：本发明加入的机改性二硫化钼可以很好的分散在聚合物基体中，与聚合物分子链之间形成了均匀的网状结构，有效的限制了聚合物分子链的运动，延缓了聚合物分子链的热降解，再加上二硫化钼自身的二维纳米片层结构可以减少热传导，因此有效的提高了成品材料的热稳定性，同时二硫化钼在热降解过程中会释放出不燃性气体二氧化硫，可以起到很好的稀释作用，从而提高阻燃性能，且成品在燃烧的过程中二硫化钼对热解和燃烧过程中的炭渣的形成有促进作用，厚重而密实的炭层同样可以对燃烧释放热量和热解产物起到很好的阻隔作用，因此本发明的成品材料具有很好的热稳定性和阻燃性能，本发明采用聚氯乙烯糊树脂共混尼龙的方式，提高了成品的耐候性，改善了粒子在基材中的分散性。

## 具体实施方式

[0008] 一种树脂共混尼龙模具材料,它是由下述重量份的原料组成的:

聚氯乙烯糊树脂10、壳聚糖0.3、尼龙66100、二甲基甲酰胺110、二硫化钼4、氯化锂0.1、聚苯乙烯2、玻璃纤维20、十六烷基三甲基溴化铵0.7、四硼酸钾0.1、邻苯二甲酸丁苄酯2、二乙醇酰胺0.5、二氧化钛2、N,N二乙基苯胺0.3、硬脂酸1。

[0009] 一种所述的树脂共混尼龙模具材料的制备方法,包括以下步骤:

(1)取上述氯化锂,加入到其重量800倍的去离子水中,搅拌溶解,加入上述二硫化钼,超声处理1小时,超声功率为300w,静置40小时,过滤,取上述二甲基甲酰胺重量的30%,加入上述过滤得到的沉淀,在1500/分的转速下分散5分钟,得剥离二硫化钼悬浮液;

(2)将上述十六烷基三甲基溴化铵、壳聚糖混合,加入到混合料重量100倍的去离子水中,搅拌均匀,得溶解液;

(3)将上述剥离二硫化钼悬浮液加热到30℃,滴加上述溶解液,滴加完毕后保温反应7小时,4000转/分搅拌7分钟,过滤,将沉淀分别用15%的醋酸溶液、无水乙醇洗涤3次,在60℃下干燥20小时,得有机改性二硫化钼;

(4)将上述二氧化钛、有机改性二硫化钼混合,加入到混合料重量10倍的无水乙醇中,磁力搅拌1分钟,加入上述N,N二乙基苯胺,升高温度为60℃,保温搅拌4分钟,过滤,将沉淀水洗,在70℃下真空干燥1小时,得复合有机改性二硫化钼;

(5)取剩余二甲基甲酰胺重量的30%,加入聚苯乙烯,搅拌均匀;

(6)取上述复合有机改性二硫化钼,加入到剩余的二甲基甲酰胺中,超声分散3小时,加入上述聚苯乙烯的二甲基甲酰胺溶液,搅拌混合10小时,倒入聚四氟乙烯容器中,送入100℃的烘箱中干燥20小时,升高烘箱温度为130℃,继续干燥10小时,出料,将得到的固体粉碎,得改性复合材料;

(7)将上述硬脂酸加入到其重量3倍的无水乙醇中,搅拌均匀,加入邻苯二甲酸丁苄酯,升高温度为60℃,滴加浓度为96%的硫酸,调节pH为1,搅拌反应30分钟,加入聚氯乙烯糊树脂,送入100℃的油浴中,保温搅拌10分钟,出料,加入上述二乙醇酰胺,搅拌至常温,得改性聚氯乙烯糊树脂;

(8)将上述改性复合材料与改性聚氯乙烯糊树脂混合,在80℃下预热搅拌6分钟,与剩余各原料混合,搅拌均匀,送入注塑机中,加热熔融,将熔融后的流体通过喷嘴注入到模具中,模具的初始温度保持在130℃,注模后在80MPa下保压1s,冷却,脱模,即得所述尼龙模具材料。

[0010] 用本发明材料制备的模具的性能检测:

外观检验:

无气泡、缩孔、表面凹陷和壁厚不均匀等缺陷,颜色一致;

冲击功/J 23-40℃:无破裂。