



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107619599 B

(45) 授权公告日 2020.11.13

(21) 申请号 201711021321.X

(22) 申请日 2017.10.27

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 107619599 A

(43) 申请公布日 2018.01.23

(73) 专利权人 上海金发科技发展有限公司  
地址 201714 上海市青浦区朱家角工业园  
区康园路88号

专利权人 江苏金发科技新材料有限公司  
武汉金发科技有限公司

(72) 发明人 林洁龙 杜赏 张超 夏建盟  
丁正亚 杨军 黄河生

(74) 专利代理机构 上海湾谷知识产权代理事务  
所(普通合伙) 31289

代理人 倪继祖

(51) Int.Cl.

C08L 77/06 (2006.01)

C08L 77/02 (2006.01)

C08K 3/32 (2006.01)

B29B 9/16 (2006.01)

审查员 文雯

权利要求书2页 说明书10页

(54) 发明名称

一种低气味免喷涂聚酰胺组合物及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种低气味免喷涂聚酰胺组合物包括以下组分及重量份数:聚酰胺95-100份、磷酸盐0.01-5份、效果颜料0.1-6份、助剂0-35份、热稳定剂0-1份和抗氧剂0-1份。本发明的磷酸盐的引入可以使导致聚酰胺材料催化降解的杂质失活,而抑制干扰性气味的产物的产生;其中聚酰胺在生产过程中残留的单体以及低聚物形式的组分在制备过程中被反应而消除,进一步改善低气味尼龙组合物的气味。同时减少免喷涂制件的表面缺陷并提高了亮度,使得更接近于喷漆件的外观效果。

1. 一种磷酸盐在降低免喷涂聚酰胺组合物气味中的应用,其特征在于,所述免喷涂聚酰胺组合物包括以下组分及重量份数:

聚酰胺	95-100份;
磷酸盐	0.01-5份;
效果颜料	0.1-6份;
助剂	0-35 份;
热稳定剂	0-1份;
抗氧化剂	0-1份;

所述助剂包括填充剂、增韧剂、成核剂、抗静电剂、发泡剂、润滑剂、脱模剂、紫外吸收剂、受阻胺光稳定剂及着色剂中的至少一种;

所述磷酸盐选自正磷酸盐、偏磷酸盐及缩聚磷酸盐中至少一种,所述正磷酸盐选自磷酸氢二盐、磷酸氢盐、三代磷酸盐中至少一种;

所述效果颜料选自金属颜料及珠光颜料中至少一种;

所述金属颜料选自金属粉或被包覆基材包覆的金属粉中的至少一种;

所述金属粉选自粒径为 $1\mu\text{m}$ - $500\mu\text{m}$ 的铝粉、铜粉、银粉、锌粉及金粉中的至少一种,其形状为片状、银元状、棒状或球状;所述包覆基材为聚乙烯蜡、二氧化硅、缩水甘油醚类环氧树脂、缩水甘油酯类环氧树脂、缩水甘油胺类环氧树脂及线型脂肪族类环氧树脂中的至少一种,所述包覆基材占所述被包覆基材包覆的金属粉重量的25-80%;

所述珠光颜料选自粒径为 $20\mu\text{m}$ - $400\mu\text{m}$ 的天然鱼鳞珠光颜料、氯化铋结晶珠光颜料、云母涂覆珠光颜料、二氧化硅涂覆珠光颜料、硅酸铝盐涂覆珠光颜料、硼酸铝盐涂覆珠光颜料及氧化铋涂覆珠光颜料中的至少一种;

所述免喷涂聚酰胺组合物经过气味脱除工艺处理;

所述气味脱除工艺包括以下步骤:将所述免喷涂聚酰胺组合物置于鼓风干燥箱,在 $60$ - $180^{\circ}\text{C}$ 范围内,通过恒温或阶梯控温的方式干燥 $30$ - $120$ 分钟;或

所述气味脱除工艺包括以下步骤:将所述免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

(1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作 $3$ 次,将空气中氧气排除;

(2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于 $133$ 帕斯卡;

(3) 通过罐体夹层的加热线圈对所述真空罐内部的免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到 $60$ - $180^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内,通过恒温或阶梯控温的方式干燥 $30$ - $120$ 分钟;上述气味脱除工艺步骤(1)~(3)可任意调整顺序。

2. 如权利要求1所述的磷酸盐在降低免喷涂聚酰胺组合物气味中的应用,其特征在于,所述热稳定剂为铜盐热稳定剂。

3. 如权利要求1所述的磷酸盐在降低免喷涂聚酰胺组合物气味中的应用,其特征在于,所述抗氧化剂选自受阻酚类抗氧化剂、亚磷酸酯类抗氧化剂、硫醚类抗氧化剂及多芳香胺类抗氧化剂中的至少一种。

4. 一种如权利要求1所述的磷酸盐在降低免喷涂聚酰胺组合物气味中的应用,其特征在于,所述免喷涂聚酰胺组合物的制备方法包括以下步骤:

步骤一:按照以下组分及其重量份准备原材料:

聚酰胺	95-100份；
磷酸盐	0.01-5份；
效果颜料	0.1-6份；
助剂	0-35 份；
热稳定剂	0-1份；
抗氧剂	0-1份；

所述助剂包括填充剂、增韧剂、成核剂、抗静电剂、发泡剂、润滑剂、脱模剂、紫外吸收剂、受阻胺光稳定剂及着色剂中的至少一种；

步骤二：将所述步骤一中的聚酰胺、磷酸盐、助剂、热稳定剂和抗氧剂干燥至水分的质量占各自质量的0-0.05%；

步骤三：将效果颜料与干燥后的聚酰胺、磷酸盐、助剂、热稳定剂和抗氧剂混合后投入双螺杆挤出机中熔融挤出，再经过冷却和造粒即可。

## 一种低气味免喷涂聚酰胺组合物及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及高分子材料领域,特别涉及一种低气味免喷涂聚酰胺组合物及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着国家政府出台的法规对汽车环保要求的日趋严苛,各汽车主机厂纷纷制定汽车内饰材料气味标准用来规范可能会影响到汽车驾驶舱气味的零部件或者材料,比如大众汽车的PV 3900对汽车内饰不同大小规格的零件,制定了取样及气味评定要求。

[0003] 聚酰胺材料合成过程残余的单体或低聚物,在注塑成型以及使用的过程中挥发,严重影响材料的气味等级。与聚丙烯、聚烯烃的聚合物的聚合方式存在差异,聚酰胺材料通过缩聚反应形成,通过脱去水分子形成酰胺键结构,属于可逆反应,在特定的环境可以通过水分子或者活性的羟基、氨基、巯基、羧基、酯基等官能团发生反应进行解聚合的逆向反应,形成低聚物或者单体结构,严重影响气味。聚酰胺材料过去常用于功能结构件、外饰件一系列对气味无要求或者要求不严苛的环境,随着聚酰胺材料在汽车内饰以塑代钢的推广,使得材料设计不得不考虑采用低气味尼龙材料,以期同时满足对材料机械性能与散发特性的严格要求。

[0004] English等在USP.5855623提出用水溶性酰胺单体接枝在聚酯上,然后添加到尼龙树脂中,得到低气味的尼龙合金。Borgner等在USP.6794032中往长纤维增强尼龙6中添加了硫化锌,酰胺类相容剂,改性聚丙烯,得到低气味的尼龙产品。CN200610028822公开了使用相容剂为聚烯烃与不饱和酸、酸酐的接枝物改善PA6组合物的气味,而聚烯烃不饱和酸、酸酐本身就有可能存在残留的不饱和酸、酸酐单体会导致材料气味超标。

[0005] 以上专利虽然与尼龙6组合物的气味有关,但其主要目标不在于降低尼龙6组合物的气味,而且由于这些方法是通过添加吸附性物质或反应性物质来改善尼龙6组合物气味高的问题,往往会导致尼龙6组合物的性能有不同程度的降低和制作成本的升高。

[0006] 随着人们环保意识的加强和对感官体验的更高追求,各大主机厂对免喷涂材料的需求越来越多。对产品外观要求的日益提高,对传统喷涂工艺所带来的丰富色彩效果表达出前所未有的青睐,包括珠光效果、金属质感、闪烁效果等。然而传统的喷涂工艺会给环境造成污染和能源浪费,一方面迫使喷涂工艺不断改善以减轻环境压力,一方面在使用量较大的树脂领域开始出现免喷涂产品,即向树脂中添加金属粉颜料、珠光颜料等特殊色彩效果颜料以获得与喷涂工艺相似的外观效果。然而效果颜料一般会通过表面改性获得与基体树脂的反应活性,提高效果颜料在树脂基体中的分散,减少表面缺陷产生。这些效果颜料分布于产品中,进一步恶化了尼龙材料的气味问题,尤其应用于汽车内饰部件,如副仪表盘、换挡拨片、调节按钮、换挡器手球、装饰件等零件时,气味问题制约着免喷涂尼龙产品的进一步推广。

## 发明内容

[0007] 本发明的目的,就是为了解决上述问题而提供了低气味免喷涂聚酰胺组合物一种低气味免喷涂聚酰胺组合物。能够解决聚酰胺在加工过程及其他生产或使用过程所引入的金属杂质以及其他形式的催化剂杂质在生产、存储、运输、使用过程中对聚酰胺材料进行催化降解产生气味的问题。同时解决由于引入效果颜料而恶化气味的问题。

[0008] 本发明的目的是这样实现的:

[0009] 本发明的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物包括以下组分及重量份数:

聚酰胺	95-100 份;
磷酸盐	0.01-5 份;
效果颜料	0.1-6 份;
[0010] 助剂	0-35 份;
热稳定剂	0-1 份;
抗氧化剂	0-1 份。

[0011] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物中,聚酰胺选自一种或多种二羧酸和一种或多种二胺的缩合产物、一种或多种氨基羧酸的缩合产物、一种或多种环内酰胺的开环聚合产物中的一种。二胺包括但不限于丁二胺、己二胺、2-甲基戊二胺、1,5-戊二胺、壬二胺、十一烷二胺、十二烷二胺、2,2,4-三甲基己二胺、2,4,4-三甲基己二胺、5-甲基壬二胺、1,3-双(氨甲基)环己烷、1,4-双(氨甲基)环己烷、1-氨基-3-氨甲基-3,5,5-三甲基环己烷、双(4-氨基环己基)甲烷、双(3-甲基-4-氨基环己基)甲烷、2,2-双(4-氨基环己基)丙烷、双(氨丙基)哌嗪、氨乙基哌嗪、双(对氨基环己基)甲烷、2-甲基辛二胺、三甲基己二胺、1,8-二氨基辛烷、1,9-二氨基壬烷、1,10-二氨基癸烷、1,12-二氨基十二烷、间二甲苯二甲胺、对二甲苯二甲胺等和它们的衍生物。二羧酸可选自脂肪族二羧酸、脂环族二羧酸和芳香族二羧酸。二羧酸包括但不限于己二酸、癸二酸、壬二酸、十二烷二酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、戊二酸、庚二酸、辛二酸、1,4-环己烷二羧酸、萘二羧酸及它们的衍生物。

[0012] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物中,磷酸盐选自正磷酸盐、焦磷酸盐、偏磷酸盐及缩聚磷酸盐中至少一种,其中正磷酸盐选自磷酸氢二盐、磷酸氢盐、三代磷酸盐中至少一种。磷酸盐包括但不限于磷酸钙、次磷酸钙、磷酸氢钙、磷酸二氢钙、焦磷酸钙、磷酸钠、磷酸钾、磷酸氢二钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾、聚偏磷酸钾、三聚磷酸钾、磷酸氢二铵、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、偏磷酸钠、三聚磷酸钠、磷酸三铵、磷酸二氢铵、磷酸铁、焦磷酸铁、磷酸氢镁、磷酸镁、次磷酸锰、焦磷酸铁钠以及其他的缩聚产物。

[0013] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物中,其特征在于,效果颜料为金属颜料及珠光颜料中的至少一种;金属颜料为金属粉及被包覆基材包覆的金属粉中的至少一种;金属粉选自粒径为 $1\mu\text{m}$ - $500\mu\text{m}$ 的铝粉、铜粉、银粉、锌粉、金粉中的至少一种,其形状为片状、银元状、棒状或球状,优选粒径为 $1\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ ,更优选粒径为 $10\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ ;包覆基材选自聚乙烯蜡、二氧化硅、缩水甘油醚类环氧树脂、缩水甘油酯类环氧树脂、缩水甘油胺类环氧树脂、线型脂肪族类环氧树脂及脂肪族类环氧树脂中的至少一种,包覆基材占被包覆基材包覆的金属粉的重量的50-80%;所述珠光颜料选自粒径 $20\mu\text{m}$ - $400\mu\text{m}$ 的天然鱼鳞珠光颜料、氯氧化

铋结晶珠光颜料、云母涂覆珠光颜料、二氧化硅涂覆珠光颜料、硅酸铝盐涂覆珠光颜料、硼酸铝盐涂覆珠光颜料、人造云母涂覆珠光颜料及氧化铋涂覆珠光颜料中的至少一种。

[0014] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物中助剂包括填充剂、增韧剂、成核剂、抗静电剂、发泡剂、润滑剂、脱模剂、紫外吸收剂、受阻胺光稳定剂以及着色剂中的至少一种。填充剂选自纤维状填充剂、非纤维状填充剂、聚合物填充剂中的一种或几种。纤维状填充剂选自玻璃纤维、碳纤维及有机纤维中的一种或几种；非纤维状填充剂选自氧化铝、炭黑、粘土、磷酸锆、高岭土、碳酸钙、铜、硅藻土、石墨、云母、硅石、二氧化钛、沸石、滑石及硅灰石中的一种或几种；聚合物填充剂选自玻璃珠和/或玻璃粉末。成核剂选自颗粒粒径小于1 $\mu$ m的无机成核剂和有机成核剂中的至少一种；无机成核剂选自滑石粉、蒙脱土及碳酸钙中的至少一种；有机成核剂选自苯甲酸钠、山梨醇二苄酯及羧酸钠盐中的至少一种。

[0015] 进一步的，热稳定剂为铜盐热稳定剂；抗氧剂选自受阻酚类抗氧剂、亚磷酸酯类抗氧剂、硫醚类抗氧剂及多芳香胺类抗氧剂中的至少一种。受阻酚类抗氧剂选自1,1,3-三(2-甲基-4-羟基-5-叔丁基苯基)丁烷(CAS:1843-03-4)，1,3,5-三(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)异氰尿酸(CAS:27676-62-6)，4,4'-亚丁基双(6-叔丁基间甲酚)(CAS:85-60-9)， $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八碳醇酯(CAS:2082-79-3)，四[ $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(CAS:6683-19-8)，3,9-双[1,1-二甲基-2-[(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酰氧基]乙基]-2,4,8,10-四氧杂螺[5.5]十一烷(CAS:90498-90-1)及1,3,5-三甲基-2,4,6-三(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)苯(CAS:1709-70-2)中的至少一种。亚磷酸酯类抗氧剂选自双十八烷基季戊四醇双亚磷酸酯(CAS:3806-34-6)，双(2,6-二叔丁基-4-甲基苯基)季戊四醇二磷酸酯(CAS:80693-00-1)，2-2'-亚甲基双(4,6-二丁基-苄基)-2-乙基己基亚磷酸酯(CAS:126050-54-2)，亚磷酸三(2,4-二叔丁基苯基)酯(CAS:31570-04-4)，亚磷酸三壬基苯酯(CAS:26523-78-4)及4,4'-对开异丙基二苄基C12-15-醇亚磷酸酯(CAS:96152-48-6)中的至少一种。

[0016] 本发明还提供一种低气味免喷涂聚酰胺组合物的制备方法，包括以下步骤：

[0017] 步骤一：按照以下组分及其重量份准备原材料：

聚酰胺	95-100 份；
磷酸盐	0.01-5 份；
效果颜料	0.1-6 份；
助剂	0-35 份；
热稳定剂	0-1 份；
抗氧剂	0-1 份。

[0018] 步骤二：将步骤一中的聚酰胺、磷酸盐、助剂、热稳定剂和抗氧剂干燥至水分的质量占各自质量的0-0.05%；

[0020] 步骤三：将效果颜料与干燥后的聚酰胺、磷酸盐、助剂、热稳定剂和抗氧剂混合后投入双螺杆挤出机中，同时经过冷却和造粒即可得到产物低气味免喷涂聚酰胺组合物。

[0021] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物的制备方法中，步骤三中的产物经过以下任一种气味脱除工艺处理：

[0022] I. 气味脱除工艺包括以下步骤:将步骤三中的产物置于鼓风干燥箱,在60-180℃的温度范围内,通过恒温或阶梯控温的方式干燥30-120分钟。

[0023] II. 气味脱除工艺包括将步骤三中的产物置于真空罐中,并进行以下步骤(排序不分先后):

[0024] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0025] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0026] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到60-180℃的温度范围内,通过恒温或阶梯控温的方式处理30-120分钟。

[0027] 经过气味脱除工艺得到的最终的低气味免喷涂聚酰胺组合物,该低气味免喷涂聚酰胺组合物和/或其制品根据大众汽车标准PV3900对其进行气味评估,具有不高于3.5的气味等级。

[0028] 在上述的一种低气味免喷涂聚酰胺组合物中还涉及由包含上述组分经过传统模制工艺包括挤出、吹塑、注塑、模压等常用成型方法生产的低气味免喷涂聚酰胺组合物的制件,该制件可为成品或半成品,包含以下组分及重量份数:

[0029] 聚酰胺 95-100份;

[0030] 磷酸盐 0.01-5份;

[0031] 效果颜料 0.1-6份。

[0032] 可以通过使用一步法生产的组合物,也可以通过母粒法,例如常见的将效果颜料制成高浓度母粒后进一步稀释成最终产品进而得到制件,无论通过一步法还是母粒法,应理解为以上各组分在制件中的比例或重量份数可进行不违背本发明意图的适当调整。

[0033] 本发明的有益效果如下:

[0034] 1. 本发明的磷酸盐的引入可以使导致聚酰胺材料催化降解的杂质失活,而抑制干扰性气味的产物的产生。

[0035] 2. 聚酰胺在生产过程中残留的单体以及低聚物形式的组分在制备过程中被反应而消除,进一步改善低气味尼龙组合物的气味。

[0036] 3. 本发明使用气味脱除工艺,对减少其他组分所引入气味分子进行具有针对性的高效脱除,尤其是阶梯控温方式,在不同温度下对具有与聚酰胺组合物基体不同程度亲和力的气味小分子组分进行了强有力的脱除,并将升高温度对聚酰胺组合物的影响降低至最小,防止高温或者高温有氧的环境下产生新的干扰性气味的产物。

[0037] 本发明通过以上极大程度减少了尼龙材料在生产过程和/或成型过程产生的气体,对于免喷涂产品这类尤其注重外观及表面美学效果的产品,极大程度减少了由气体带来的外观缺陷,特别是通过本发明所提供的技术方案,通过磷酸盐的引入以及后处理工艺,极大程度提高了免喷涂聚酰胺组合物的表面亮度。

## 具体实施方式

[0038] 下面将结合实施例,对本发明作进一步说明。

[0039] 对比例和实施例所使用原材料的生产厂家和型号如表1所示:

[0040] 表1 实施例1~8和对比例1~4的原材料信息

原料名称	牌号	厂家
聚酰胺 6 (PA6)	Volgamid24	俄国古比雪夫氮
次磷酸盐	EXOLIT OP 1230	科来恩
磷酸氢二钠	H10	布吕格曼
聚酰胺 66 (PA66)	PA66 EP-158	浙江华峰
玻璃纤维	ECS301HP	广东成吉化工
矿物 I: 氮硅烷处理的硅土	Aktifit AM	德国 Hoffmann
矿物 II: 煅烧高岭土	Tanslink 445	巴斯夫
增韧剂	Fusabond MN493D	杜邦

[0042] 效果颜料I:低分子聚乙烯蜡包覆的5 $\mu$ m的棒状铝粉;

[0043] 效果颜料II:粒径为25 $\mu$ m的片状铝粉;

[0044] 效果颜料III:粒径为50 $\mu$ m的片状铜粉;

[0045] 效果颜料IV:粒径为80 $\mu$ m的片状铝粉与粒径为150 $\mu$ m的天然鱼鳞珠光颜料以3:1混合的混合物;

[0046] 效果颜料V:粒径为80 $\mu$ m的缩水甘油醚类环氧树脂包覆条状铝粉与粒径为50 $\mu$ m的氯化铋结晶珠光颜料以2:1混合的混合物;

[0047] 效果颜料VI:粒径为25 $\mu$ m的片状铜粉;

[0048] 为了满足加工需要,实施例与对比例均添加相同种类及含量的润滑剂,热稳定剂,抗氧化剂;润滑剂选用季戊四醇硬脂酸酯,其占原材料总质量的0.3%;热稳定剂选用质量比为1:6的CuI与KI的混合物,其占原材料总质量的0.2%;抗氧化剂选用双(2,6-二叔丁基-4-甲基苯基)季戊四醇二磷酸酯,其占原材料总质量的0.3%。

[0049] 将实施例、对比例的配方组成中树脂、磷酸盐、助剂、热稳定剂和抗氧化剂干燥至水分的质量占各自质量的0-0.05%;将所述的各组分混合后投入双螺杆挤出机中熔融挤出,挤出温度根据树脂种类,PA6为230-260 $^{\circ}$ C;PA66为260-290 $^{\circ}$ C,将挤出样条经水冷、空气冷却并造粒,初步得到低气味免喷涂聚酰胺组合物。

[0050] 实施例1

[0051] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0052] PA66 99kg;

[0053] 磷酸氢二钠 1kg;

[0054] 效果颜料I 2kg;

[0055] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0056] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0057] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0058] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到60℃的温度,通过恒温方式处理120分钟;

[0059] 实施例2

[0060] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0061] PA66 99kg;

[0062] 磷酸氢二钠 1kg;

[0063] 效果颜料II 3kg;

[0064] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0065] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0066] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0067] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到180℃的温度,通过恒温方式处理30分钟;

[0068] 实施例3

[0069] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0070] PA66 99kg;

[0071] 磷酸氢二钠 1kg;

[0072] 效果颜料III 1kg;

[0073] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0074] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0075] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0076] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到120℃的温度,通过恒温方式处理45分钟;

[0077] 实施例4

[0078] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0079] PA66 99kg;

[0080] 磷酸氢二钠 1kg;

[0081] 效果颜料IV 4kg;

[0082] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括以下步骤:将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合

物置于鼓风干燥箱,在60℃的温度干燥120分钟,在180℃的温度干燥30分钟;

[0083] 实施例5

[0084] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0085] PA6 98kg;

[0086] 磷酸氢二钠 2kg;

[0087] 效果颜料V 2kg;

[0088] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0089] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0090] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0091] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到60℃的温度,通过恒温处理120分钟,然后在120℃的温度通过恒温处理30分钟,在180℃的温度通过恒温处理10分钟;

[0092] 实施例6

[0093] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

PA6 65kg;

次磷酸盐 5kg;

[0094] 玻璃纤维 30kg;

效果颜料 VI 5kg;

[0095] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0096] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0097] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0098] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,然后在120℃的温度通过恒温处理30分钟,在180℃的温度通过恒温处理10分钟;

[0099] 实施例7

[0100] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

PA6 65kg;

次磷酸盐 5kg;

[0101] 矿物 I 15kg;

增韧剂 15kg;

效果颜料 I 1kg;

[0102] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空

罐中,并进行以下步骤:

[0103] (1) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,在20℃的温度通过恒温处理20分钟,在180℃的温度通过恒温处理20分钟;

[0104] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0105] (3) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0106] 实施例8

[0107] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

PA6 80kg;

次磷酸盐 5kg;

[0108] 矿物 II 15kg;

效果颜料 I 1kg;

[0109] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0110] (1) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0111] (2) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0112] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,使其温度达到120℃的温度,通过恒温或阶梯控温的方式处理45分钟;

[0113] 对比例1

[0114] 步骤1:按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0115] PA66 99kg;

[0116] 磷酸氢二钠 1kg;

[0117] 效果颜料I 2kg;

[0118] 步骤2:将步骤1中的组分混合后,投入双螺杆挤出机中熔融挤出,再经过冷却和造粒,即获得对比例1的产物。

[0119] 对比例2

[0120] 步骤1:按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0121] PA6 98kg;

[0122] 磷酸氢二钠 2kg;

[0123] 效果颜料II 3kg;

[0124] 步骤2:将步骤1中的组分混合后,投入双螺杆挤出机中熔融挤出,再经过冷却和造粒,即获得对比例2的产物。

[0125] 对比例3

[0126] 步骤1:按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0127] PA6 65kg;  
次磷酸盐 5kg;  
玻璃纤维 30kg;  
效果颜料 VI 5kg;

[0128] 步骤2:将步骤1中的组分混合后,投入双螺杆挤出机中熔融挤出,再经过冷却和造粒,即获得对比例3的产物。

[0129] 对比例4

[0130] 按照以下组分及其重量份准备原材料:

[0131] PA6 70kg;  
矿物 I 15kg;  
增韧剂 15kg;  
效果颜料 I 1kg;

[0132] 经过上述共混挤出工艺造粒得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物,进一步经过本发明的气味脱除工艺,气味脱除工艺包括将初步得到的低气味免喷涂聚酰胺组合物至于真空罐中,并进行以下步骤:

[0133] (1) 使用氮气气体置换罐体内部空气,重复操作3次,将空气中氧气排除;

[0134] (2) 密封并抽取真空,使罐体内部压力小于等于133帕斯卡;

[0135] (3) 通过罐体夹层的加热线圈对真空罐内部的低气味免喷涂聚酰胺组合物进行加热,在20℃的温度通过恒温处理20分钟,在180℃的温度通过恒温处理20分钟。

[0136] 将以上各实施例及对比例模制成10cm×5cm×1.2mm厚样品,根据大众汽车标准PV3900对其进行气味评估,将样品置于1L的密封气味评价瓶中使用80℃±2℃存放2h±10min,将气味瓶取出冷却到60℃±5℃的检验室温,由3名测试者评价,评价后重新密封置于80℃±2℃存放2h±10min,将气味瓶取出冷却到60℃±5℃的检验室温,由另外2名测试者评价,共计得到5个测试结果,评价标准根据下述判断标准进行评分,最终5个测试结果的平均值为气味等级,即气味等级越低,气味越小越容易被接受。

[0137] 气味等级1:感觉不到

[0138] 气味等级2:可以感觉到,但不扰人

[0139] 气味等级3:可以明显感觉到但还不扰人

[0140] 气味等级4:扰人

[0141] 气味等级5:强烈反感

[0142] 气味等级6:难以容忍

[0143] 气味等级可以根据算术平均值给出。

[0144] 产品表面的亮度采用LAB色差仪(型号:CM2600D,厂家美能达)对上述样板表面进行测试,以5块相同组成的样板测得的结果L平均值,表征亮度的高低。

[0145] 实施例1-8及对比例1-4性能测试结果如表2所示:

[0146] 表2 实施例1-8及对比例1-4测试结果

[0147]		实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6
	气味等级	2.8	3.0	3.5	3.5	2.7	3.4
	L值	75.5	80.5	79.3	81.5	69.3	72.3
		实施例7	实施例8	对比例1	对比例2	对比例3	对比例4
	气味等级	2.9	3.3	5.5	5.5	5.4	3.9
	L值	60.1	60.4	70.3	74.5	61.5	50.3

[0148] 通过对比实施例1与对比例1,实施例2与对比例2,实施例6与对比例3,实施例7与对比例4,使用本发明公开的技术方案生产的低气味免喷涂聚酰胺组合物具有明显改善的气味及较高表面亮度(L值),虽然添加了填料或玻璃纤维之后,与无填充或非增强产品相比L值都一定程度减小,但使用本公开技术依旧保持了较高表面L值。

[0149] 以上实施例仅供说明本发明之用,而非对本发明的限制,有关技术领域的技术人员,在不脱离本发明的精神和范围的情况下,还可以作出各种变换或变型,因此所有等同的技术方案也应该属于本发明的范畴,应由各权利要求所限定。