



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1871277 B

(45) 授权公告日 2011.09.07

(21) 申请号 200480030710.3

(22) 申请日 2004.09.27

(30) 优先权数据

0322598.4 2003.09.26 GB

(85) PCT申请进入国家阶段日

2006.04.18

(86) PCT申请的申请数据

PCT/GB2004/004087 2004.09.27

(87) PCT申请的公布数据

W02005/030836 EN 2005.04.07

(73) 专利权人 维克特雷斯制造有限公司

地址 英国兰开夏

(72) 发明人 D·弗拉思 C·米金 B·维尔森

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 任宗华

(51) Int. Cl.

C08G 65/40 (2006.01)

(56) 对比文件

US 4638037 A, 1987.01.20,

US 4320224 A, 1982.03.16, 说明书第6栏第44至55行和实施例10.

US 4320224 A, 1982.03.16, 说明书第6栏第44至55行和实施例10.

审查员 王东涛

权利要求书 2 页 说明书 19 页 附图 1 页

(54) 发明名称

聚醚酮

(57) 摘要

本发明提供一种包含熔体粘度(MV)为0.05-0.12千牛秒/平方米的聚合物材料的组件,其中所述聚合物材料是一类包含(a)苯基部分;(b)羰基部分和(c)醚部分的材料。优选的聚合物材料选自聚醚醚酮和聚醚酮。这类低MV材料可通过注塑或挤塑而制成薄壁零部件,或用作高度填充组合物的部件。

1. 一种制造零部件的方法,该方法包括选择制造零部件用的前体材料,其中所述前体材料包括在剪切速率为  $1000 \text{ 秒}^{-1}$  在  $400^\circ\text{C}$  下操作采用  $0.5 \times 3.175$  毫米的碳化钨模头的毛细管流变仪时测定的 MV 为  $0.05$ - 低于  $0.10$  千牛秒 / 平方米的聚合物材料,其中所述聚合物材料为以下类型,包含:

- (a) 苯基部分;
- (b) 羰基部分;和
- (c) 醚部分;

其中所述聚合物材料选自聚醚醚酮,聚醚酮,聚醚酮酮,聚醚酮醚酮酮,聚醚醚酮酮,和由 - 醚 - 二苯基 - 醚 - 苯基 - 酮 - 苯基 - 重复单元组成的聚合物,以及使前体材料在挤塑或注塑设备中经受高于其熔融温度的温度对所述前体材料进行挤塑或注塑。

2. 一种制造具有包括厚度为  $3$  毫米或以下的区域的壁的零部件的方法,该方法包括:

(A) 选择包含在剪切速率为  $1000 \text{ 秒}^{-1}$  在  $400^\circ\text{C}$  下操作采用  $0.5 \times 3.175$  毫米的碳化钨模头的毛细管流变仪时测定的 MV 为  $0.05$ - 低于  $0.10$  千牛秒 / 平方米的聚合物材料的前体材料,其中所述聚合物材料为以下类型,包含:

- (a) 苯基部分;
- (b) 羰基部分;和

(c) 醚部分;其中所述聚合物材料选自聚醚醚酮,聚醚酮,聚醚酮酮,聚醚酮醚酮酮,聚醚醚酮酮,和由 - 醚 - 二苯基 - 醚 - 苯基 - 酮 - 苯基 - 重复单元组成的聚合物,以及

(B) 处理所述前体材料,从而形成所述零部件。

3. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料在剪切速率为  $1000 \text{ 秒}^{-1}$  时测定的 MV 为至少  $0.06$  千牛秒 / 平方米。

4. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料在剪切速率为  $1000 \text{ 秒}^{-1}$  时测定的 MV 为至少  $0.08$ - 低于  $0.10$  千牛秒 / 平方米。

5. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料的拉伸强度按照 ASTM D790 测定为至少  $80$  兆帕。

6. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料的挠曲强度按照 ASTM D 790 测定为至少  $145$  兆帕。

7. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料的挠曲模量按照 ASTM D 790 测定为至少  $3.5$  吉帕。

8. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料呈半结晶态。

9. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料的玻璃化转变温度  $T_g$  为至少  $140^\circ\text{C}$ 。

10. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料选自聚醚醚酮和聚醚酮。

11. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中所述聚合物材料是聚醚醚酮。

12. 根据权利要求 8 的方法,其中所述聚合物材料结晶度为至少  $10\%$ 。

13. 根据权利要求 8 的方法,其中所述聚合物材料结晶度为至少  $30\%$ 。

14. 根据权利要求 1 或 2 的方法,该方法包括  $30$ - $80$  重量%聚醚醚酮和  $20$ - $70$  重量%的填充材料。

15. 根据权利要求 1 或 2 的方法,该方法包括  $40$ - $60$  重量%聚醚醚酮和  $40$ - $60$  重量%的

填充材料。

16. 根据权利要求 15 的方法,其中所述填充材料包括一种或多种选自玻璃纤维、碳纤维、炭黑和氟碳树脂的纤维。

## 聚醚酮

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚合物材料,具体地说,本发明涉及聚芳基醚酮,特别是聚醚醚酮,但并不是排它性的。

### 背景技术

[0002] 已知热塑性聚芳醚酮、聚醚醚酮已二十余年,EP 000 1879 B(Imperial Chemical Industries) 已对其制备和用途作了介绍,并说明为使聚醚醚酮成为实用材料,其比浓对数粘度 (IV) (根据 EP 0001879 B 所述方法测定) 必须为至少 0.7 分升 / 克 (相当于比浓粘度 (RV) 为至少 0.8 分升 / 克)。据认为,如果 IV 低于 0.7 分升 / 克,制得的聚合物不呈韧性,而呈脆性。

[0003] 因此,虽然已制备出 IV 低于 0.7 分升 / 克的聚合物,但还没有一种实施大批量生产,也没有一种已例如通过注塑或挤塑制得了零部件。

[0004] 许多年来,Imperial Chemical Industries 和它的后继者—标题材料制造者 Victrex Plc 是聚醚醚酮的唯一制造者。鉴于上述公司指出的任何适用聚合物的 IV 必须符合为至少 0.7 分升 / 克的要求,该公司大批量制造并销售的聚醚醚酮 (Victrex PEEK (商标) 150) 的最低熔体粘度 MV 为 0.15 千牛秒 / 平方米 (相当于 IV 为 0.755 分升 / 克)。该公司还销售两种较高粘度的材料,即中等粘度品级 (Victrex PEEK380, MV 为 0.38 千牛秒 / 平方米) 和标准粘度品级 (Victrex PEEK 450, MV 为 0.45 千牛秒 / 平方米)。

[0005] 自从 EP 000 1879 B 到期后,有其它公司制造了聚醚醚酮。例如 US 6566484B2 (Gharda chemicals) 介绍了制备可进行熔体加工的聚醚醚酮聚合物的方法。该文件说明了具有不同 IV 聚合物的制备,但没有指出 IV 低于 0.7 的聚合物可能具有的任何优良性能或工业用途。Gharda Chemicals 制造和销售的聚醚醚酮的最低粘度品级为品级 5600,据知,其熔体流动速率 (MFR) 为 30-40 立方厘米 / 10 分钟。该品级的 IV/MV 大体上与上述 Victrex PEEK150 相同。该公司还销售品级 5400 和 5300 的产品,它们的 IV/MV 大体上分别与 Victrex PEEK 380 和 450 相同。

[0006] 许多年来,聚芳基醚酮特别是聚醚醚酮 (这是最主要的市售聚芳基醚酮) 领域似乎已经认可 IV 低于 0.7 分升 / 克的聚合物没有工业用途。然而,本发明出人意料地发现,这类聚合物具有实用的性能,而 EP 000 1879 B 中所认可的条件是不准确的。具体地说,据认为,EP 0001879 B 中所述的韧性试验对于聚芳基醚酮聚合物的性能和 / 或实用性来说,可能不是一种准确的预测指标。

[0007] 本发明的目的是提供具有优良和实用性能的聚芳基醚酮聚合物。

[0008] 根据本发明的第一方面,本发明提供一种包含熔体粘度 (MV) 为 0.05-0.12 千牛秒 / 平方米的聚合物材料的组件,其中所述这类聚合物材料包含:

[0009] (a) 苯基部分;

[0010] (b) 羰基部分;和

[0011] (c) 醚部分。

[0012] MV 是采用毛细管流变仪测定的,操作温度为 400℃,剪切速率为 1000/秒,采用 0.5×3.175 毫米的碳化钨模头。

[0013] 虽然本发明是依据 MV 来加以说明的,但根据后面图 1 可知,MV 大体上与 IV(按 EP 000 1879 B 所述方法测定)等同。

[0014] 已出人意料地发现,虽然聚合物材料的粘度大大低于市售聚芳基醚酮的最低粘度,但该聚合物材料仍具有与市售 Victrex PEEK 150 相似的机械性能。有利的是,这种较低粘度的聚合物材料可应用于例如高度填充的复合材料和 / 或薄壁型注塑料或挤塑件的制造,而较高粘度的材料(如 PEEK150)就不能应用于这些领域中。

[0015] 所述聚合物材料的适用 MV 为 0.06 千牛秒 / 平方米,优选的 MV 为至少 0.07 千牛秒 / 平方米,更优选为至少 0.08 千牛秒 / 平方米。

[0016] 所述聚合物材料的 MV 可低于 0.11 千牛秒 / 平方米,优选低于 0.10 千牛秒 / 平方米。

[0017] 所述聚合物材料的 MV 可为 0.07-0.12 千牛秒 / 平方米,优选为 0.08-0.11 千牛秒 / 平方米,更优选为 0.08-0.10 千牛秒 / 平方米。

[0018] 所述聚合物材料的 MV 优选为 0.07-0.10 千牛秒 / 平方米,更优选为 0.08-0.10 千牛秒 / 平方米。

[0019] 所述聚合物材料的拉伸强度(按照 ASTM D790 测定)可为至少 80 兆帕,优选为 80-110 兆帕,更优选为 80-100 兆帕。

[0020] 所述聚合物的挠曲强度(按照 ASTM D790 测定)可为至少 145 兆帕,优选为 145-180 兆帕,更优选为 145-165 兆帕。

[0021] 所述聚合物的挠曲模量(按照 ASTM D790 测定)可为至少 3.5 吉帕,优选为 3.5-4.5 吉帕,更优选为 3.5-4.1 吉帕。

[0022] 所述组件可包含至少 1 千克,适宜为至少 5 千克,优选至少 10 千克,更优选至少 14 千克的至少一部分是由所述聚合物材料构成的材料。所述组件可包含 1000 千克或以下,优选 500 千克或以下的所述材料。优选的组件包含 10-500 千克所述材料。

[0023] 所述组件可包含如下所述的包含所述聚合物材料的复合材料。

[0024] 所述组件可包含至少 1 千克,适宜为至少 5 千克,优选至少 10 千克,更优选至少 14 千克的所述聚合物材料。所述组件可包含 1000 千克或以下,优选 500 千克或以下的所述聚合物材料。优选的组件包含 10-500 千克所述聚合物材料。

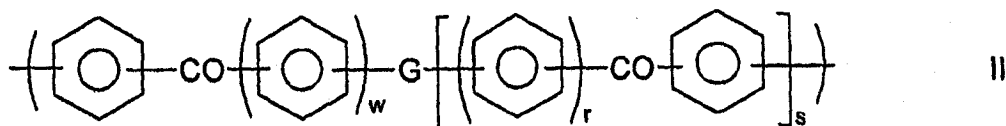
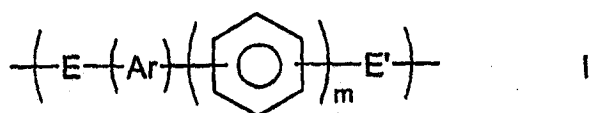
[0025] 在所述组件中的材料(如复合材料或所述聚合物材料本身)可呈粉末状或颗粒状。

[0026] 所述组件可包含包装材料(打算丢弃的或重复使用)和所需要的材料(例如复合材料和 / 或所述聚合物材料)。所述包装材料优选基本上完全包裹所述的所需材料。所述包装材料可包括第一容器,例如柔软的容器如放置所需材料的塑料袋等。第一容器可放置在第二容器如纸箱等箱中。

[0027] 组件中的所述所需材料可包含至少 90 重量%的所述聚合物材料,优选基本上由所述聚合物材料所构成。

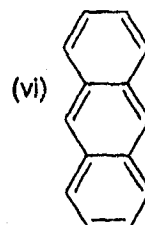
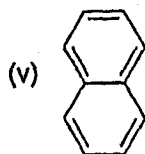
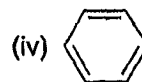
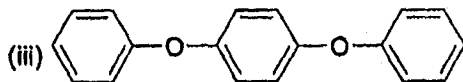
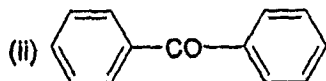
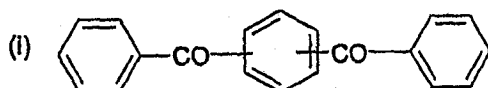
[0028] 优选的是,所述聚合物材料具有式 I 部分和 / 或式 II 部分:

[0029]



[0030] 式中  $m$ 、 $r$ 、 $s$  和  $w$  各自代表 0 或正整数,  $E$  和  $E'$  各自代表氧原子或直接连接键,  $G$  代表氧原子、直接连接键或  $-O-Ph-O-$  部分, 其中  $Ph$  代表苯基基团,  $Ar$  选自部分 (i) 至 (vi) 中一个, 且通过苯基部分中的一个或多个苯基与相邻部分键合。

[0031]



[0032] 在本说明书中除非另有说明, 苯基部分经 1,4- 位与所键合部分键合。

[0033] 在 (i) 式中, 居中苯基可以是 1,4- 取代或 1,3- 取代的。

[0034] 所述聚合物材料可包含一种以上不同类型的式 I 重复单元和一种以上不同类型的式 II 重复单元。但只包含一类式 I 重复单元或式 II 重复单元是优选的。

[0035] 所述部分 I 和 II 都是适宜的重复单元。在聚合物材料中, 适宜的是, 单元 I 与单元 II 相互键合, 即单元 I 与单元 II 之间没有键合其它原子或基团。

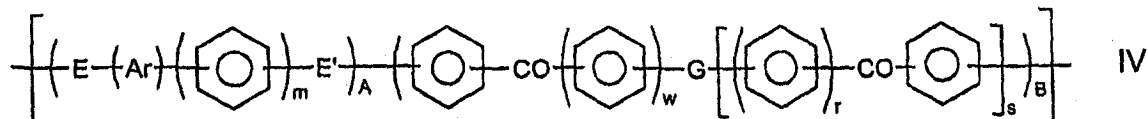
[0036] 式中  $w$  大于 0, 各亚苯基部分可各自通过 1,4- 或 1,3- 位键与式 II 重复单元中其它部分相键合。优选的是, 所述亚苯基部分具有 1,4- 键合。

[0037] “a”代表所述聚合物材料中式 I 单元的摩尔%, 适宜的是, 其中每个单元 I 是相同的, “b”代表所述聚合物材料中式 II 单元的摩尔%, 适宜的是, 每个单元 II 是相同的。a 的优选范围为 45-100, 更优选为 45-55, 尤其是 48-52。b 的优选范围为 0-55, 更优选为 45-55, 尤其是 48-52。a 与 b 的比率优选为 0.9-1.1, 更优选为约 1。适宜的是, a 与 b 的总和为至

少 90, 优选至少 95, 更优选至少 99, 尤其是约 100。优选的是, 所述聚合物主要由部分 I 和部分 II 所构成。

[0038] 所述聚合物材料可以是具有下面通式 IV 重复单元的均聚物或是包含至少两种不同的式 IV 单元的无规共聚物或嵌段共聚物:

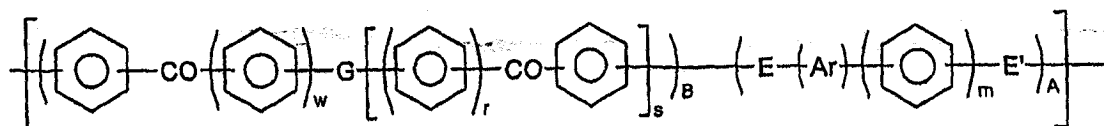
[0039]



[0040] 式中 A 和 B 分别代表 0 或 1, E、E'、G、Ar、m、r、s 和 w 的规定同本文中的说明。

[0041] 作为上述包含单元 IV 的聚合物材料的一种替代物, 所述聚合物材料可以是具有下面通式 IV\* 重复单元的均聚物, 或是包含至少两种不同的 IV\* 重复单元的无规共聚物或嵌段共聚物:

[0042]



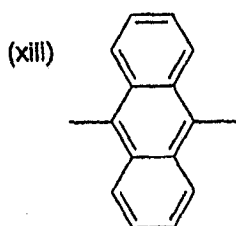
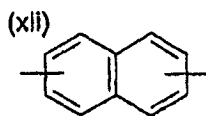
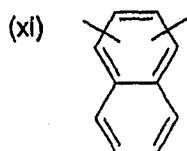
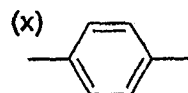
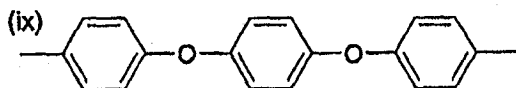
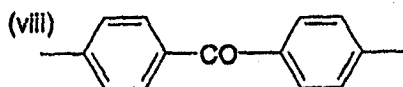
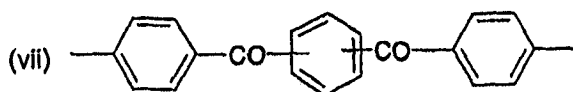
[0043] 式中 A 和 B 分别代表 0 或 1, E、E'、G、Ar、m、r、s 和 w 的规定同本文中的说明。

[0044] 优选的是, m 为 0-3, 更优选为 0-2, 尤其是 0-1。优选的是 r 是 0-3, 更优选为 0-2, 尤其是 0-1, 优选的 s 为 0 或 1, w 为 0 或 1。

[0045] 优选的是, 所述聚合物材料是具有通式 IV 重复单元的均聚物。

[0046] 优选的 Ar 选自下列部分 (vii) 至部分 (xiii):

[0047]



[0048] 在 (vii) 中, 居中苯基可以是 1,4- 取代或 1,3- 取代的。

[0049] 部分 (xi) 优选为 1,2-、1,3- 或 1,5- 位键合, 部分 (xii) 优选为 1,6-、2,3-、2,6- 或 2,7- 位键合。

[0050] 适宜的部分 Ar 是部分 (i)、(ii)、(iii) 和 (iv), 其中 (i)、(ii) 和 (iv) 是优选的。其它优选的部分 Ar 是部分 (vii)、(viii)、(ix) 和 (x), 其中部分 (vii)、(viii) 和 (x) 是特别优选的。

[0051] 一类特别优选的聚合物材料是主要由与酮部分和 / 或醚部分相连接的苯基部分所构成的聚合物 (或共聚物)。即优选的一类聚合物材料是不含 -S-、-SO<sub>2</sub>- 或除苯基外的芳族基团的重复单元的。优选的这类聚合材料包括:

[0052] (a) 主要由式 IV 单元构成的聚合物, 其中 Ar 代表部分 (iv), E 和 E' 代表氧原子, m 代表 0, w 代表 1, G 代表直接连接键, S 代表 0, A 与 B 代表 1 (即聚醚醚酮)。

[0053] (b) 主要由式 IV 单元构成的聚合物, 其中 E 代表氧原子, E' 代表直接连接键, Ar 代表结构 (i) 部分, m 代表 0, A 代表 1, B 代表 0 (即聚醚酮)。

[0054] (c) 主要由式 IV 单元构成的聚合物, 其中 E 代表氧原子, Ar 代表部分 (i)\*, m 代表 0, E' 代表直接连接键, A 代表 1, B 代表 0 (即聚醚酮)。

[0055] (d) 主要由式 IV 单元构成的聚合物, 其中 Ar 代表部分 (i), E 和 E' 代表氧原子, G

代表直接连接键, m 代表 0, w 代表 1, r 代表 0, s 代表 1, A 与 B 代表 1 (即聚醚酮醚酮酮)。

[0056] (e) 主要由式 IV 单元构成的聚合物, 其中 Ar 代表部分 (iv), E 和 E' 代表氧原子, G 代表直接连接键, m 代表 0, w 代表 0, s、r、A 与 B 代表 1 (即聚醚醚酮酮)。

[0057] (f) 包括式 IV 单元构成的聚合物, 其中 Ar 代表部分 (iv), E 和 E' 代表氧原子, m 代表 1, w 代表 1, A 代表 1, B 代表 1, r 与 s 代表 0, G 代表直接连接键 (即聚醚-二苯基-醚-苯基-酮-苯基-)。

[0058] 所述聚合物材料优选呈半结晶态。聚合物的结晶度优选按广角 X 射线衍射法 (也称为广角 X-射线散射即 WAXS), 例如由 Blundell 和 Osborn 在 Polymer 24, 953, 1983 中所介绍的方法进行测定。或者, 可通过示差扫描量热法 (DSC) 来确定结晶度。

[0059] 所述聚合物的结晶度可为至少 1%, 适宜为至少 3%, 优选为至少 5%, 更优选为至少 10%。在特别优选的实施方案中, 结晶度可高于 30%, 更优选高于 40%, 尤其是高于 45%。

[0060] 所述聚合物的玻璃化转变温度 (T<sub>g</sub>) 可为至少 140°C, 适宜为至少 144°C。在某些情况下, 玻璃化转变温度可高于 154°C, 160°C, 164°C, 170°C, 190°C 或高于 250°C 乃至 300°C。在优选的实施方案中, 玻璃化转变温度为 140°C -145°C。

[0061] 所述聚合物材料 (如果呈结晶态) 的熔融吸热主峰 (T<sub>m</sub>) 可为至少 300°C。

[0062] 所述聚合物材料可主要由上面规定的单元 (a) 至单元 (f) 中一种单元所组成。或者, 所述聚合物材料可包含包括选自上面规定的 (a)-(f) 中至少两种单元的共聚物。优选的共聚物包含单元 (a)。例如, 共聚物可包含单元 (a) 和单元 (f), 或可包含单元 (a) 和单元 (e)。

[0063] 在优选的实施方案中, 所述聚合物材料选自聚醚醚酮和聚醚酮。在一个特别优选的实施方案中, 所述聚合物材料是聚醚醚酮。

[0064] 在一个优选实施方案中, 所述组件包含 MV 为 0.07-0.12 千牛秒 / 平方米, 优选为 0.08-0.11 千牛秒 / 平方米, 特别优选为 0.08-0.10 千牛秒 / 平方米的聚醚醚酮。

[0065] 根据本发明的第二方面, 本发明提供包含至少 1 千克 (优选至少 5 千克, 更优选至少 50 千克) 根据第一方面所述的聚合物材料的容器。

[0066] 所述聚合物材料可经高度充填而制成较低粘度的复合材料。由此, 根据本发明的第三方面, 本发明提供包含 MV 为 0.05-0.12 千牛秒 / 平方米, (优选为 0.07-0.10 千牛秒 / 平方米, 更优选为 0.08-0.10 千牛秒 / 平方米) 的聚合物材料和填充材料的复合材料, 其中所述这类聚合物材料包含:

[0067] (a) 苯基部分;

[0068] (b) 羰基部分; 和

[0069] (c) 醚部分。

[0070] 所述聚合物材料可具有根据第一方面所述的聚合物材料的任何一项特征。所述聚合物材料优选为聚醚醚酮。

[0071] 所述填充材料可包括纤维填料或非纤维填料。所述填充材料可同时包含纤维填料和非纤维填料。

[0072] 所述纤维填料可选自无机纤维材料, 高熔点有机纤维材料和碳纤维。

[0073] 所述纤维填料可选自玻璃纤维, 碳纤维, 石棉纤维, 石英纤维, 氧化铝纤维, 氧化锆

纤维,氮化硼纤维,氮化硅纤维,硼纤维,氟碳树脂纤维和钛酸钾纤维。优选的纤维填料是玻璃纤维和碳纤维。

[0074] 所述非纤维填料可选自云母、二氧化硅、滑石、矾土、高岭土,硫酸钙,碳酸钙,氧化钛,铁氧体,白土,玻璃粉,氧化锌,碳酸镍,氧化铁,石英粉,碳酸镁,氟碳树脂以及硫酸钡。非纤维填料可以粉状或片状颗粒形态导入聚合物材料中。

[0075] 优选的所述填充材料包含一种或多种选自玻璃纤维,碳纤维,炭黑及氟碳树脂的填料。

[0076] 所述复合材料可包含一种或多种具有所述 MV 的上述类型聚合物材料。优选的是,所述复合材料只包含单一类型的聚合物材料。所述单一类型聚合物材料优选为聚醚醚酮。

[0077] 所述复合材料适宜包含 30-80 重量%所述类型聚合物材料(优选是单一类型聚合物材料,尤其是聚醚醚酮)和 20-70 重量%填充材料。优选的是,所述复合材料包含 30-70 重量%聚合物材料和 30-70 重量%填充材料。更优选的是,所述复合材料包含 40-65 重量%聚合物材料和 35-60 重量%填充材料。在一个特别优选的实施方案中,所述复合材料包含 40-60 重量%聚合物材料和 40-60 重量%填充材料。

[0078] 聚合物材料的重量%与填充材料的重量%的比率可为 0.6-1.6,优选为 0.65-1.5。

[0079] 填充材料的重量%与聚合物材料的重量%的比率优选为至少 0.65,更优选为至少 0.8,尤其为至少 1。

[0080] 所述复合材料可呈颗粒状。

[0081] 根据本发明第四方面,本发明提供制造复合材料的方法,该方法包括:

[0082] (i) 选择 MV 为 0.05-0.12 千牛秒/平方米(优选为 0.07-0.10 千牛秒/平方米,更优选为 0.08-0.10 千牛秒/平方米)的聚合物材料,其中所述这类聚合物材料具有如下类型,包含:

[0083] (a) 苯基部分;

[0084] (b) 羰基部分,和

[0085] (c) 醚部分;以及

[0086] (ii) 使所述聚合物材料与填充材料相接触,以制备所述复合材料。

[0087] 所选的所述聚合物材料可具有本文所述聚合物材料的任何一项特征。所述聚合物材料优选为聚醚醚酮。

[0088] 所述填充材料和制成的复合材料各自可具有本文所述填充材料和复合材料的任何一项特征。

[0089] 所述复合材料可按 PCT/GB2003/001872 中所述方法制备,上述文献的内容已列入本文供参考。

[0090] 所述复合材料可通过将熔融聚合物材料与所述填充材料相接触的方法来制备。

[0091] 如上所述,聚合物材料可顺利地通过注塑或挤塑方法用来制造零部件。由此,根据本发明的第五方面,本发明提供制造零部件的方法,该方法包括对 MV 为 0.05-0.12 千牛秒/平方米(优选为 0.07-0.10 千牛秒/平方米,更优选为 0.08-0.10 千牛秒/平方米)的聚合物材料进行挤塑或注塑,其中所述这类聚合物材料具有如下类型,包含:

[0092] (a) 苯基部分;

[0093] (b) 羰基部分,和

[0094] (c) 醚部分。

[0095] 所述聚合物材料可具有根据上述任一方面所述的聚合物材料的任一项特征。所述聚合物材料优选为聚醚醚酮。

[0096] 所述方法优选包括选择制造零部件的前体材料,以及使前体材料在挤塑或注塑设备中经受高于其熔融温度的处理,其中所述前体材料包含所述聚合物材料。适宜的是,将所述前体材料加热至高于 300°C,优选高于 340°C。适宜的是加热至不超过 450°C。

[0097] 所述前体材料主要可由本文所述的聚合物材料或本文所述的复合材料所组成。

[0098] 在该方法中,适宜的是选择至少 0.5 克,优选至少 1 克,更优选至少 5 克,尤其是至少 10 克的前体材料来制造零部件。

[0099] 该方法可用来制造薄壁零部件。由此,本发明的第六方面涉及制造具有包括厚度为 3 毫米或以下区域的壁的零部件的方法,该方法包括:

[0100] (A) 选择包含 MV 为 0.05-0.12 千牛秒/平方米(优选 0.07-0.10 千牛秒/平方米,更优选 0.08-0.10 千牛秒/平方米)的聚合物材料的前体材料,其中所述聚合物材料为以下类型,包含:

[0101] (a) 苯基部分;

[0102] (b) 羰基部分,和

[0103] (c) 醚部分;以及

[0104] (B) 处理所述前体材料,从而形成所述零部件。

[0105] 优选的是,所述零部件包括厚度为 2 毫米或以下,更优选为 1 毫米或以下区域的壁的零部件。

[0106] 在 (B) 中所述的处理优选包括对所述前体材料进行熔融加工。熔融加工优选通过挤塑或注塑来实施。

[0107] 适宜的是,所述零部件包括面积为至少 0.5 平方厘米,优选至少 1 平方厘米,更优选至少 5 平方厘米的具有上所述厚度的区域。由此,在一个实施方案中,所述零部件可包括厚度为 3 毫米,优选为 2 毫米或以下的至少 0.5 平方厘米的区域。

[0108] 本文中所述的聚合物材料可通过任何一种适宜的方法来制造,如可采用 US 6566 484 B2 中所述的亲电子方法,或者 EP 0000 1879 B 中或 PCT/GB99/02833 中所述的亲核方法来制得。亲核方法是优选的。

[0109] MV 可按 EP 000 1879 B 中所述方法来控制。

[0110] 本文中所述的任何发明或实施方案的任何方面的任何一项特征可以与本文所述,在细节上做必要修正的任何其它发明或实施方案的任何方面的任一项特征相组合。

[0111] 下面将通过实施例并参照展示 MV 与 IV 之间关系曲线的附图,对本发明的具体实施方案进行说明。

[0112] VICTREX PEEK 150P(商标)、Victrex PEEK 150GL30(商标)和 Victrex PEEK 150 CA 130 可从 Victrex Plc, UK 购得。

[0113] 本文中涉及的所有化学品都采用 Sigma-Aldrich Chemical Company, Dorset, UK 的产品,除非另有说明。

[0114] 实施例 1:聚醚醚酮的制备

[0115] 在一个 250 毫升配置有磨砂玻璃 Quickfit 盖、搅拌器 / 搅拌器导管、氮气进气管和出气管的带法兰的烧瓶中装入 4,4'-二氟二苯甲酮 (22.48 克, 0.103 摩尔), 氢醌 (11.01 克, 0.1 摩尔) 和二苯砜 (49 克), 并用氮气吹扫 1 小时。然后在氮气保护下将烧瓶中物料加热至 140°C 与 150°C 之间, 以形成几乎无色的溶液。继续在氮气保护下添加干燥的碳酸钠 (10.61 克, 0.1 摩尔) 和碳酸钾 (0.278 克, 0.002 摩尔)。将温度升高至 200°C 并保温 1 小时, 再升温至 250°C 保温 1 小时, 再升温至 315°C 并保持 2 小时。

[0116] 将反应混合物冷却, 研碎并用丙酮和水洗涤。得到的聚合物在 120°C 烘箱中干燥而形成粉末。该聚合物在 400°C 和 1000/秒下的熔体粘度为 0.089 千牛秒 / 平方米。

[0117] 将聚合物置于压机 (20 吨, 5 分钟) 中于 400°C 下压塑成厚约 0.2 毫米的薄膜, 然后在 30 分钟内使其从 400°C 冷却至 120°C 以诱导聚合物充分结晶, 其后再冷却至室温。

[0118] 然后使薄膜经 180° 合页式折叠后再作 360° 折叠。这一折叠过程重复 5 次后, 薄膜仍保持完好没有发生破损, 因此可认为该膜是呈韧性的。

[0119] 实施例 2a-2d: 具有不同熔体粘度的聚醚醚酮试样的制备

[0120] 除改变聚合时间以制成具有不同熔体粘度的聚醚醚酮外, 其余重复实施例 1 所述步骤。试验结果示于表 1 中。

[0121] 表 1

[0122]

实施例	反应时间 (mins)	熔体粘度 (kNsm <sup>-2</sup> )	韧性试验
1	120	0.089	韧性
2a	180	0.150	韧性
2b	160	0.117	韧性
2c	90	0.075	脆性
2d	60	0.06	脆性

[0123] 实施例 3- 聚醚醚酮的大量制造

[0124] 以更大规模重复实施例 1 中所述步骤以制造足够的材料进行机械性能和熔体流动的试验。制造五批材料即实施例 3a-3e, 在 400°C 和 1000/秒条件下测定的熔体粘度分别为 0.144、0.110、0.089、0.076 和 0.059 千牛秒 / 平方米。

[0125] 实施例 4a-4d- 聚醚醚酮的熔体流动指数

[0126] 用 CEAST 熔体流动测定仪 6941.000 测定实施例 3c、3e 的聚醚醚酮, Victrex PEEK 150P 以及实施例 3d 与 3a 按 77 : 23 重量比混合的聚醚醚酮共混物和实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量比混合的聚醚醚酮共混物试样的熔体流动指数。将聚合物放置在熔体流动测定仪的机筒中并加热至 400°C。然后将加有载荷的活塞 (2.16 千克) 插入机筒中, 以在恒定的剪切应力下挤塑聚合物使其通过口径 2.095 毫米孔径 × 8.000 毫米的碳化钨模头。MFI (熔体流动指数) 是指 10 分钟内挤出的平均聚合物质量 (克)。测定结果列于表 2 中。

[0127] 表 2

[0128]

实施例	聚醚醚酮试样	熔体粘度 ( $\text{kNsm}^{-2}$ )	熔体流动指数 (g/10mins)
4a	实施例 3c	0.089	87
4b	实施例 3e	0.059	117
4c	实施例 3d(77wt%) + 实施例 3a(23wt%)	0.09	83
4d	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	0.09	78
4e	Victrex PEEK 150P	0.150	41

[0129] 实施例 5- 低粘度聚醚醚酮的螺线流动性

[0130] 采用螺旋流动模具测定螺线流动性, 在熔体温度为 370°C 和 390°C, 模具深度为 1 毫米和 2 毫米, 模具温度为 185°C, 注射压力为 140 巴下测定流体长度。测定结果列于表 3 中。

[0131] 表 3

[0132]

实施例	聚醚醚酮试样	模具温度 (°C)	模具深度	流体长度 (mm)
5a	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	370	1mm	302
5b	Victrex PEEK 150P	370	1mm	239
5c	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	370	2mm	834
5d	Victrex PEEK 150P	370	2mm	514
5e	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	390	1mm	315
5f	Victrex PEEK 150P	390	1mm	263
5g	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	390	2mm	> 1000
5h	Victrex PEEK 150P	390	2mm	727

[0133] 实施例 6a-6e- 低粘度聚醚醚酮的机械性能

[0134] 在机筒温度为 350-360℃, 喷嘴温度为 365℃, 模具温度为 145-155℃, 保压压力为 30 巴, 注塑压力为 140 巴及螺杆转速为 45 转 / 分钟 的条件下, 将实施例 3c、3d、3e 的聚醚醚酮, Victrex PEEK 150P, 以及实施例 3d 与 3b 按 60 : 40 重量%混合的聚醚醚酮共混物, 实施例 3b、3c、3d 和 3e 按 30 : 30 : 30 : 10 重量%混合的聚醚醚酮共混物, 实施例 3d 与 3a 按 77 : 23 重量%混合的聚醚醚酮共混物和实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚醚酮共混物试样注塑成标准试片, 进行机械性能评估, 评估结果列于表 4 中。

[0135] 表 4

[0136]

实施例	聚醚醚酮试样	熔体粘度 (kNsm <sup>-2</sup> )	拉伸强度 (MPa) (a)	挠曲强度 (MPa) (b)	挠曲模量 (GPa) (b)
6a	实施例 3c	0.089	90.0	157.9	4.0
6b	实施例 3d	0.076	98.1	149.8	3.7
6c	实施例 3b(40wt%) + 实施例 3d(60wt%)	0.09		154.6	4.1
6d	实施例 3e	0.059	100.6	149.2	3.7
6e	实施例 3b(30wt%) + 实施例 3c(30wt%) + 实施例 3d(30wt%) + 实施例 3e(10wt%)	0.092	107.6	154.6	4.0
6f	实施例 3d(77wt%) + 实施例 3a(23wt%)	0.09	98.3	147.7	3.7
6g	实施例 3e(64wt%) + 实施例 3a(36wt%)	0.09	97.8	149.0	3.7
6h	Victrex PEEK 150P	0.150	98.5	149.1	3.9

[0137] 实施例 7a-7d- 经填充的低粘度聚醚醚酮的熔体流动指数和机械性能

[0138] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚醚酮共混物分别与 30 重量%玻璃纤维 (Owens Corning OCPCS D165-11C) 和 30 重量%碳

纤维 (SGL Sigrafil C25S 006APS) 进行混合,以分别形成实施例 7a 和 7c 混合物试样。测定该两混合物在 400℃,2.16 千克载荷条件下的熔体流动指数并与分别含 30 重量%玻璃纤维和碳纤维的商品级聚醚醚酮 Victrex PEEK 150 GL30 和 150 CA30 相比较。结果列于表 5 中。

[0139] 在机筒温度为 370-380℃,注嘴温度为 380℃,模具温度为 180-200℃,保压压力为 30 巴,注塑压力为 140 巴以及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下,将实施例 7a 和 7d 混合物注塑成标准试片,测定它们的机械性能,并与 Victrex PEEK 150GL 30 和 150 CA 30 的机械性能相比较。测定结果列于表 5 中。

[0140] 表 5

[0141]

实施例	聚醚醚酮试样	熔体流动指数 (g/10min)	拉伸强度 (MPa) <sup>(a)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(b)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(b)</sup>
7a	共混物 [3e(64wt%)+3a(36wt%)](70wt%)+ 玻璃纤维 (30wt%)	30	155.8	242.1	10.2
7b	Victrex PEEK 150GL30	14	163.5	252.5	10.0
7c	共混物 [3e(64wt%)+3a(36wt%)](70wt%)+ 碳纤维 (30wt%)	30	202.4	304.5	16.9
7d	Victrex PEEK 150CA30	12	208.6	312.7	18.7

[0142] (a)ASTM D638

[0143] (b)ASTM D790

[0144] 实施例 8a-8g- 高度填充的低粘度聚醚醚酮的熔体流动指数和机械性能

[0145] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚醚酮共混物分别与 40 重量%、50 重量%、60 重量%、70 重量%的玻璃纤维 (Owens Corning OCF D165A-11C) 以及 40 重量%、50 重量%、60 重量%的碳纤维 (SGL Sigrafil C25 S006 APS) 进行混合,以分别形成实施例 8a-8g 混合物试样。测定该两混合物在 400℃、2.16 千克载荷条件下的熔体流动指数并与分别含 30 重量%玻璃纤维和碳纤维的商品级 polyetherkeone 的 Victrex PEEK<sup>TM</sup> 150 GL 30 和 150 CA 30 相比较。结果列于表 6a 和 6b 中。

[0146] 在机筒温度为 370-380℃,注嘴温度为 380℃,模具温度为 180-200℃,保压压力为 30 巴以及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下,将实施例 8a-8g 混合物注塑成标准试片,测定它们的机械性能,并与 VictrexPEEK 150 GL 30 和 150 CA 30 的机械性能作比较。测定结果列于表 6a 和 6b 中。

[0147] 表 6a

[0148]

实施例	聚醚醚酮试样 (%wt) <sup>(a)</sup>	玻璃纤维 (wt%)	熔体流动指数(g/10min)	拉伸强度 (MPa) <sup>(b)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(c)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(c)</sup>	缺口悬臂梁式冲击强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(d)</sup>
8a	60	40	26.9	211	314	13.7	12.6
8b	50	50	17.9	228	327	17.4	13.4
8c	40	60	11.9	227	342	21.8	12.5
8d	30	70	7.8	198	320	26.0	8.9
Victrex PEEK 150GL30			14	163.5	252.5	10.0	8.8

[0149] (a) 聚醚醚酮试样共混物 3e(64wt%) + 3a(36wt%)

[0150] (b) ISO 527

[0151] (c) ISO 178-1993(E)

[0152] (d) ISO 180

[0153] 表 6b

[0154]

实施例	聚醚醚酮试样 (%wt) <sup>(a)</sup>	玻璃纤维 (wt%)	熔体流动指数(g/10min)	拉伸强度 (MPa) <sup>(b)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(c)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(c)</sup>	缺口悬臂梁式冲击强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(d)</sup>
8e	60	40	17	229	338	25.1	7.8
8f	50	50	6.5	229	354	31.3	6.8
8g	40	60	4.8	221	357	36.8	6.3
Victrex PEEK 150CA30			12	208.6	312.7	18.7	7.9

[0155] (a) 聚醚醚酮试样共混物 3e(64wt%) + 3a(36wt%)

[0156] (b) ISO 527

[0157] (c) ISO 178-1993(E)

[0158] (d) ISO 180

[0159] 实施例 9a-9b- 云母填充的低粘度聚醚醚酮的熔体流动指数和机械性能

[0160] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚醚酮共混物和 Victrex 150P 分别与 30 重量%云母 (CMMP, 微粒化云母 325 目) 进行混合, 以成为实施例 9a-9b 混合物试样。测定该两混合物在 400℃和 2.16 千克条件下的熔体流动指数。测定结果列于表 7。

[0161] 在机筒温度为 370-380℃, 注嘴温度为 380℃, 模具温度为 180-200℃, 保压压力为 30 巴以及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下, 将实施例 9a-9b 混合物注塑成标准试片, 并测

定它们的机械性能。结果列于表 7 中。

[0162] 表 7

[0163]

实施例	聚醚醚酮试样 (% wt) <sup>(a)</sup>	玻璃纤维 (wt%)	熔体流动指数 (g/10min)	拉伸强度 (MPa) <sup>(c)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(d)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(d)</sup>	缺口悬臂梁式冲击强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(e)</sup>
9a	70 <sup>(a)</sup>	30	61.2	84	139	7.5	2.9
9b	70 <sup>(b)</sup>	30	25.1	85	152	7.3	3.2

[0164] (a) 聚醚醚酮试样共混物 3e(64wt%) + 3a(36wt%)

[0165] (b) Victrex PEEK 150P

[0166] (c) ISO 527

[0167] (d) ISO 178-1993(E)

[0168] (e) ISO 180

[0169] 实施例 10a-10b- 高度填充的低粘度聚醚醚酮的熔体流动指数和机械性能

[0170] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚醚酮共混物, Victrex 150P 分别与 15 重量%的碳纤维 (SGL Sigrafil C25 S006), 15 重量%聚四氟乙烯 (PTFE) (Asahi Glass Fluoropolymers Fluon FL 1650) 和 21 重量%聚醚砜 (PES) (BASF Ultrason E3010) 进行混合, 以成为实施例 10a-10b 混合物试样。测定该两混合物在 400℃, 10 千克载荷条件下的熔体流动指数。测定结果列于表 8a 中。

[0171] 表 8a

[0172]

实施例	聚醚醚酮试样 (% wt)	PES (wt%)	碳纤维 (wt)	PTFE (wt%)	熔体流动指数 (g/10min)
10a	49 <sup>(a)</sup>	21	15	15	125.3
10b	49 <sup>(b)</sup>	21	15	15	58.5

[0173] (a) 聚醚醚酮试样共混物 3e(64wt%) + 3a(36wt%)

[0174] (b) Victrex PEEK 150P

[0175] (c) ISO 527

[0176] (d) ISO 178-1993(E)

[0177] (e) ISO 180

[0178] 在机筒温度为 370-380℃, 注嘴温度为 380℃, 模具温度为 180-200℃, 保压压力为 30 巴以及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下, 将实施例 10a-10b 混合物注塑成标准试片, 并测定它们的机械性能。测定结果列于表 8b 中。

[0179] 表 8b

[0180]

实施例	聚醚醚酮试样 样 (% wt)	PES (wt%)	碳纤维 (wt)	PTFE (wt%)	拉伸强度 (MPa) <sup>(c)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(d)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(d)</sup>	缺口悬臂梁 式冲击强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(e)</sup>
10a	49 <sup>(a)</sup>	21	15	15	152	217	9.8	4.4
10b	49 <sup>(b)</sup>	21	15	15	158	239	11.0	5.5

[0181] (a) 聚醚醚酮试样共混物 3e(64wt%) + 3a(36wt%)

[0182] (b) Victrex PEEK 150P

[0183] (c) ISO 527

[0184] (d) ISO 178-1993 (E)

[0185] (e) ISO 180

[0186] 实施例 11- 聚醚酮的制备

[0187] 在一个 250 毫升配置有磨砂玻璃 Quickfit 盖、搅拌器 / 搅拌器导管, 氮气进气管和出气管的带法兰的烧瓶中装入 4,4'-二氟-二苯甲酮 (33.49 克, 0.153 摩尔)、4,4'-二羟基二苯甲酮 (32.13 克, 0.150 摩尔) 和二苯砜 (124.5 克), 并用氮气吹扫 1 小时以上。然后在氮气保护下将烧瓶中物料加热至 160°C, 以形成几乎无色的溶液。继续在氮气保护下添加干燥碳酸钠 (16.59 克, 0.156 摩尔)。以 1°C / 分钟的升温速率将温度升高至 340°C 并保温 2 小时。

[0188] 将反应混合物冷却, 研碎并用丙酮和水洗涤。得到的聚合物在 120°C 的烘箱中干燥而形成粉末。该聚合物在 400°C 和 1000 / 秒下的熔体粘度为 0.12 千牛秒 / 平方米。

[0189] 实施例 12a-12d- 聚醚酮的大量制造

[0190] 以大规模重复实施例 11 中所述步骤以制造足够的材料进行机械性能和熔体流动试验。制造四批材料即实施例 12a-12d, 在 400°C 和 1000 / 秒条件下测定的熔体粘度分别为 0.12、0.10、0.09 和 0.08 千牛秒 / 平方米。

[0191] 实施例 13a-13b- 聚醚酮的熔体流动指数

[0192] 在 400°C 和 2.16 千克载荷条件下测定实施例 12C 聚醚酮试样和 Victrex PEK P22 试样的熔体流动指数, 测定结果列于表 9 中。

[0193] 表 9

[0194]

实施例	聚醚酮试样	熔体粘度 (kNsm <sup>-2</sup> )	熔体流动指数 (g/10mins)
13a	实施例 12c	0.09	140
13b	Victrex PEK P22	0.21	30

[0195] 实施例 14a-14e- 低粘度聚醚酮的机械性能

[0196] 在机筒温度为 380-390°C, 注嘴温度为 385°C, 模具温度为 155-165°C, 保压压力为 30 巴, 注塑压力为 140 巴及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下, 将实施例 12a、12b、12c、12d 聚醚酮和 Victrex PEK 22P 注塑成标准试片, 并进行机械性能的评估。评估结果列于表 10 中。

[0197] 表 10

[0198]

实施例	聚醚酮试样	熔体粘度 (kNsm <sup>-2</sup> )	拉伸强度 (MPa) (a)	挠曲强度 (MPa) (b)	挠曲模量 (GPa) (b)
14a	实施例 12a	0.12	110	184	4.6
14b	实施例 12b	0.10	111	183	4.6

14c	实施例 12c	0.09	114	186	4.6
14d	实施例 12d	0.08	112	184	4.5
14e	Victrex PEK 22P	0.21	104	175	4.2

[0199] (a)ASTM D638

[0200] (b)ASTM D790

[0201] 实施列 15a-15b- 经填充的低粘度聚醚酮的熔体流动指数和机械性能

[0202] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 12c, Victrex PEK P22 的聚醚酮分别与 30 重量%玻璃纤维 (Owens Corning OCF CS D165A-11C) 进行混合,以成为实施例 15a-15b 混合物试样。测定该两混合物在 400℃和 2.16 千克载荷条件下的熔体流动指数。结果列于表 11 中。

[0203] 在机筒温度为 375-410℃,注嘴温度为 390℃,模具温度为 180-200℃,保压压力为 30 巴及螺杆转速为 45 转 / 分钟条件下,将实施例 15a-15b 混合物注塑成标准试片,并测定它们的机械性能。测定结果列于表 11 中。

[0204] 表 11

[0205]

实施例	聚醚酮试样 (% wt)	玻璃纤维 (wt%)	熔体流动指数 (g/10min)	拉伸强度 (MPa) <sup>(c)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(d)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(d)</sup>	缺口悬臂梁式冲击强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(e)</sup>
8a	70 <sup>(a)</sup>	30	42	187	261	11.0	8.9
8b	70 <sup>(b)</sup>	30	12	175	278	10.0	10.4

[0206] (a) 聚醚酮实施例 12c

[0207] (b)Victrex PEK P22

[0208] (c)ISO 527

[0209] (d)ISO 178-1993(E)

[0210] (e)ISO 180

[0211] 实施例 16a-16i- 高度填充的低粘度聚醚酮的粘度和机械性能

[0212] 采用 ZSK 25 WLE 双螺杆挤塑机使实施例 3e 与 3a 按 64 : 36 重量%混合的聚醚酮共混物与 0、3、6、9 和 12%的液晶聚合物 (LCP) (TiconaT130,熔点 370℃,玻璃纤维含量 30%) 以及外加玻璃纤维 (OwensCorning D165-11C,使玻璃纤维总量达到 60%) 相混合,以分别形成实施例 16a-16e 混合物试样。液晶聚合物在混合前预先在 150℃下干燥 16 小时。观察到添加 LCP T130 可降低挤塑机扭矩并改善纤维的浸润。

[0213] 将 Victrex 150P polyketone 与 0、5、10 和 15% LCP T130 以及外加玻璃纤维 (使玻璃纤维总量达到 30%) 相混合,以分别形成实施例 16f-16i 混合物进行对比试验。

[0214] 在 380℃和 1000/ 秒条件下测定混合物的熔体粘度,在 380℃和 2.16 千克载荷条件下测定熔体流动指数。

[0215] 在机筒温度为 350-360°C,注嘴温度为 365°C,模具温度为 145-155°C,保压压力为 30 巴以及螺杆转速为 45 转 / 分钟 的条件下,将实施例 16a-16i 混合物注塑成标准试片,并测定它们的机械性能。测定结果列于表 12a 和 12b 中。

[0216] 表 12a

[0217]

实施例	PEEK (wt%)	LCP T130 (wt%)	玻璃纤维 (wt%)	配方中 LCP pphr	ZSK25 扭矩%	熔体流动指 数 380°C (g/10min)	熔体粘度 380°C (kNsm <sup>-2</sup> )
16a	40 <sup>(a)</sup>	0	60	0	74	7.8	0.51
16b	37.9 <sup>(a)</sup>	3	59.1	5.25	57	7.4	0.29
16c	35.8 <sup>(a)</sup>	6	58.2	10.5	50	5.5	0.26
16d	33.7 <sup>(a)</sup>	9	57.3	15.75	50	5.3	0.23
16e	31.6 <sup>(a)</sup>	12	56.4	21	50	5.1	0.21
16f	70 <sup>(b)</sup>	0	30	0	65	8.5	0.33
16g	66.5 <sup>(b)</sup>	5	28.5	5	45	9.5	0.30
16h	63 <sup>(b)</sup>	10	27	10	39	9.6	0.20
16i	59.5 <sup>(b)</sup>	15	25.5	15	34	9.1	0.19

[0218] (a)PEEK 试样共混物 3e(64wt%)+3a(36wt%)

[0219] (b)Victrax PEEK150P

[0220] 表 12b

[0221]

实施例	拉伸强度 (MPa) <sup>(a)</sup>	挠曲强度 (MPa) <sup>(b)</sup>	挠曲模量 (GPa) <sup>(b)</sup>	缺口悬臂梁式冲击 强度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(c)</sup>	缺口悬臂梁式冲击强 度 (kJ/m <sup>2</sup> ) <sup>(c)</sup>
16a	230	342	20.6	10.5	50.1
16b	234	349	21.2	14.0	52.9
16c	235	340	21.3	12.8	48.9
16d	212	323	21.3	12.5	45.6
16e	216	325	21.2	12.4	45.8

16f	174	265	9.8	9.1	60.4
16g	168	232	10.1	8.6	43.3
16h	163	231	10.4	7.3	38.6
16i	156	221	10.6	7.5	40.0

[0222] (a) IS0527

[0223] (b) IS0178-1993(E)

[0224] (c) IS0180

[0225] 已注意到所有与本申请说明书同时提出申请或在先提出申请的以及与本说明书同时向公众公开的论文和文件,这些论文和文件的内容已列入本文供参考。

[0226] 本说明书(包括任一项所附权利要求、摘要和附图)中所述的所有特征和/或任何方法或过程的所有步骤都可以任何方式进行组合,除非至少某些这类特征和/或步骤是相互排斥的。

[0227] 为了相同,相当或类似的目的,本说明书(包括任一项所附权利要求,摘要和附图)中所述的每一特征可为其它特征所置换,除非另有说明。由此,除非另有说明,所公开的每一特征只是一系列等同的或类似特征的一个实例。

[0228] 本发明并不限于上述实施方案的细节。本发明可扩展至本说明书(包括任何一项所附权利要求,摘要和附图)中公开特征的任何新的特征或任何新特征的组合,或者扩展至本说明书公开的任何方法或任何过程的任何一个新的步骤或这些步骤的任何新组合。

PEEK的比浓对数粘度 (IV) 与熔体粘度 (MV) 的对照

