



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115519757 A

(43) 申请公布日 2022. 12. 27

(21) 申请号 202211212454.6

B29C 48/285 (2019.01)

(22) 申请日 2022.09.29

B29C 48/355 (2019.01)

(71) 申请人 大连疆宇新材料科技有限公司

B29C 48/69 (2019.01)

地址 116600 辽宁省大连市保税区滇池路7号

B29K 71/00 (2006.01)

(72) 发明人 陈华重 吴立豪 乔占凤 孙友军

(74) 专利代理机构 大连智高专利事务所(特殊普通合伙) 21235

专利代理师 胡景波

(51) Int. Cl.

B29C 48/00 (2019.01)

B29C 48/09 (2019.01)

B29C 48/90 (2019.01)

B29C 48/88 (2019.01)

B29C 48/92 (2019.01)

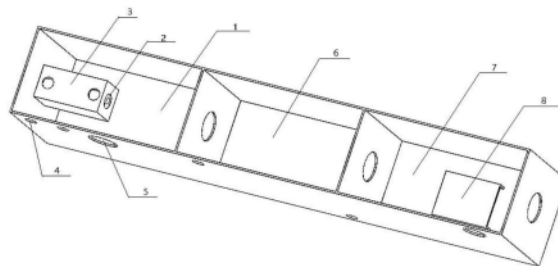
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置及其一步在线制备方法

(57) 摘要

本发明属于聚醚醚酮薄壁结晶管制备技术领域,公开了耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置及其一步在线制备方法。结晶定型装置为一箱三腔结构,第一腔为结晶定型腔,第二腔为高温油热处理腔,第三腔为冷却腔,结晶定型腔设有定径套,定径套套设有控温外套,冷却腔焊接有进水挡板,结晶定型装置外壁设有加热装置接口和真空接口。本发明采用特殊设计结晶定径装置,在一套装置内完成聚醚醚酮薄壁结晶管的定径、结晶、热处理,提高聚醚醚酮薄壁结晶管的结晶率及均匀性,成品质量均一,避免了常规定径冷却后在进行热处理结晶不可控导致的产品质量变化。



1. 耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置,其特征在于,结晶定型装置(14)为一箱三腔结构,第一腔为结晶定型腔(1),第二腔为高温油热处理腔(6),第三腔为冷却腔(7),结晶定型腔(1)设有定径套(2),定径套(2)套设有控温外套(3),冷却腔(7)焊接有进水挡板8,结晶定型装置外壁设有加热装置接口(4)和真空接口(5)。

2. 如权利要求1所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置,其特征在于,所述定径套(2)的材质为黄铜或不锈钢。

3. 包括权利要求1所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置的生产系统,其特征在于,所述结晶定型装置(14)的定径套(2)与挤出机(10)的机头(13)通过法兰连接,结晶定型装置(14)的在冷却水槽出口位置装有牵引装置(15),挤出机(10)的机头(13)和机头适配器(11)之间安装有熔体过滤器(12),挤出机(10)设有投料计量器(9)。

4. 如权利要求3所述的包括权利要求1所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置的生产系统,其特征在于,所述挤出机(10)为35mm单螺杆挤出机。

5. 如权利要求3所述的包括权利要求1所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置的生产系统,其特征在于,所述牵引装置(15)采用皮带式,其驱动系统采用伺服电机。

6. 耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管一步在线制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将聚醚醚酮颗粒在140-160℃温度下干燥5-6小时;

(2) 在挤出机(10)的喂料口采用投料计量器(9)匀速进料;

(3) 在挤出机(10)中熔融挤出,挤出速度为5~25r/min,挤出机(10)的料筒内温度如下:加料段温度375~380℃,压缩段365~375℃,均化段375~385℃,机头适配器温度370~375℃;

(4) 塑料熔体从机头(13)挤出后,经结晶定型装置(14)进行一步在线法定型结晶冷却,在第一腔结晶定型腔(1)进行真空定径及结晶,内部充以热空气并抽真空,将定径套(2)的温度控制在180-220℃,通过加热装置将结晶定型腔(1)的温度控制在160-220℃,经过这一步后聚醚醚酮薄壁结晶管直接结晶定径,在第二腔高温油热处理腔(6)中保证聚醚醚酮薄壁结晶管质量的前提下进行内油温热处理,温度200-260℃,消除应力,在第三腔冷却腔进行最终冷却定型,冷却水的温度控制在20-25℃;所述真空定径的真空度为0.15-0.3MPa;

(5) 根据薄壁结晶管尺寸调节牵引装置(15)的速度为1-2.5m/min保持恒定,进行牵引;

(6) 将制备好的聚醚醚酮薄壁结晶管进行切割。

7. 如权利要求6所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管一步在线制备方法,其特征在于,步骤(3)所述的挤出机(10)的机头(13)采用直通式,分三段加热,温度依次为 $360 \pm 5^\circ\text{C}$, $345 \pm 5^\circ\text{C}$, $330 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

8. 如权利要求6所述的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管一步在线制备方法生产的聚醚醚酮薄壁结晶管,其特征在于,其外径为5mm~25mm,壁厚为0.2~1mm。

耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置及其一步在线制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于聚醚醚酮薄壁结晶管制备技术领域,具体涉及耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置及其一步在线制备方法。

背景技术

[0002] 聚醚醚酮是一种半结晶热塑性聚合物,可通过挤出、注塑等方法加工成型。材料本身也具有较高的热稳定性,可长期在260℃条件下持续工作,并且具有优异的电性能、机械性能、耐腐蚀性和耐辐照性,尤其其通过了美国FDA认证标准,是一种环保无毒材料,在航空航天、军工、电子电器、医疗等领域被广泛应用。

[0003] 聚醚醚酮薄壁结晶管具有高强度、耐高温、耐腐蚀、无毒性、自熄性等特殊性能,目前主要应用在航空、石油天然气、电子、汽车等领域。但由于聚醚醚酮是半结晶材料,在当前生产方式得到的大多是非晶状态透明管,并且壁厚越薄越难结晶,需要经过二次热处理得到结晶管,生产繁琐且由于在热处理时结晶度不受控制产品尺寸难以得到保证。具体的,现有PEEK薄壁管生产由于在定径阶段采用水冷,生产的薄壁管是非晶透明状态,要获得结晶管需要通过热处理结晶,但由于结晶的不可控导致热处理后的结晶管结晶程度不一致,导致管材壁厚不匀且变形,成品率不高。

发明内容

[0004] 为了弥补现有技术的不足,本发明提供了一种能够连续生产、成品质量均一、高成品率、成本低的聚醚醚酮薄壁结晶管挤出生产工艺及装置。本发明精确的工艺设计,巧妙的设定挤出速度和牵引速度,挤出速度慢,牵引速度合适,二者配合良好,使得挤出的聚醚醚酮薄壁结晶管表面均匀光滑;本发明采用特殊设计一步在线法结晶定径装置,将定径、结晶和热处理集合在一台装置里同时完成,提高聚醚醚酮薄壁结晶管的结晶率及均匀性,成品质量均一,避免了常规定径冷却后再进行热处理结晶不可控导致的产品质量(外观)变化。

[0005] 实现本发明目的的技术方案如下:

[0006] 耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管结晶定型装置,为一箱三腔结构,第一腔为结晶定型腔,第二腔为高温油热处理腔,第三腔为冷却腔,结晶定型腔设有定径套,定径套套设有控温外套,冷却腔焊接有进水挡板,结晶定型装置外壁设有加热装置接口和真空接口。

[0007] 进一步的,所述定径套的材质为黄铜或不锈钢。

[0008] 包括所述结晶定型装置的耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管生产系统,结晶定型装置的定径套与挤出机的机头通过法兰连接,结晶定型装置的在冷却水槽出口位置装有牵引装置,挤出机的机头和机头适配器之间安装有熔体过滤器,挤出机设有投料计量器。

[0009] 进一步的,所述挤出机优选为35mm单螺杆挤出机。

[0010] 进一步的,所述牵引装置采用皮带式,其驱动系统采用伺服电机。

[0011] 耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管一步在线制备方法,包括如下步骤:

- [0012] (1) 将聚醚醚酮颗粒在140-160℃温度下干燥5-6小时；
- [0013] (2) 在挤出机的喂料口采用投料计量器匀速进料；进料速度根据产品规格与挤出速度确定，需要根据生产实际情况调整；
- [0014] (3) 在挤出机中熔融挤出，挤出速度为5~25r/min，挤出机的料筒内温度如下：加料段温度375~380℃，压缩段365~375℃，均化段375~385℃，机头适配器温度370~375℃；
- [0015] (4) 塑料熔体从机头挤出后，经专门设计的结晶定型装置进行一步在线法定型结晶冷却，在第一腔结晶定型腔进行真空定径及结晶，内部充以热空气并抽真空，将特殊设计的可控温的定径套的温度控制在180-220℃，通过加热装置将结晶定型腔的温度控制在160-220℃，经过这一步后聚醚醚酮薄壁结晶管直接结晶定径，在第二腔高温油热处理腔中保证聚醚醚酮薄壁结晶管质量的前提下进行内油温热处理，温度200-260℃，消除应力，在第三腔冷却腔进行最终冷却定型，冷却水的温度控制在20-25℃；所述真空定径的真空度根据薄壁结晶管壁厚而定，范围为0.15-0.3MPa；
- [0016] (5) 根据薄壁结晶管尺寸调节牵引装置的速度为1-2.5m/min保持恒定，进行牵引；
- [0017] (6) 将制备好的聚醚醚酮薄壁结晶管进行切割。
- [0018] 进一步的，步骤(3)所述的挤出机的机头采用直通式，分三段加热，温度依次为 $360 \pm 5^\circ\text{C}$ ， $345 \pm 5^\circ\text{C}$ ， $330 \pm 5^\circ\text{C}$ 。
- [0019] 耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管一步在线制备方法生产出来的聚醚醚酮薄壁结晶管，其外径为5mm~25mm，壁厚为0.2~1mm。
- [0020] 与现有技术相比，本发明的有益效果如下：
- [0021] (1) 精确的工艺设计，使得聚醚醚酮能够被连续稳定的挤出，且成品率高；巧妙的设定挤出速度和牵引速度，挤出速度慢，牵引速度合适，并使得二者配合良好，使得挤出的细管表面均匀光滑；
- [0022] (2) 采用特殊设计结晶定径装置，在一套装置内完成聚醚醚酮薄壁结晶管的定径、结晶、热处理，提高聚醚醚酮薄壁结晶管的结晶率及均匀性，成品质量均一，避免了常规定径冷却后在进行热处理结晶不可控导致的产品质量变化；
- [0023] (3) 本发明装置在挤出机机头和模具连接处安装熔体过滤器，有效去除碳化树脂或者其他杂质保证产品质量。

附图说明

- [0024] 图1是本发明结晶定型装置的示意图；
- [0025] 图2是本发明耐高温聚醚醚酮薄壁结晶管生产系统示意图。
- [0026] 其中，1. 结晶定型腔，2. 定径套，3. 控温外套，4. 加热装置接口，5. 真空接口，6. 高温油热处理腔，7. 冷却腔，8. 进水挡板，9. 投料计量器，10. 挤出机，11. 机头适配器，12. 熔体过滤器，13. 机头，14. 结晶定型装置，15. 牵引装置，16. 切割装置。

具体实施方式

- [0027] 为了更好的理解本发明，下面结合实施例进一步阐明本发明的内容，但本发明的内容不仅仅局限于以下几个实施例。如无特殊说明，本发明所采用的实验方法为常规方法，

所用实验器材、材料、试剂等均可从化学公司购买。

[0028] 实现以下实施例聚醚醚酮薄壁结晶管挤出生产工艺的聚醚醚酮薄壁结晶管挤出生产装置,包括35mm单螺杆挤出机,牵引机10,机头13和模具连接处安装熔体过滤器12;挤出机10的机头13连接定径套2,定径套2材质为黄铜或不锈钢;结晶定型装置14的出口有冷却水槽;牵引装置10采用皮带式牵引机,其驱动系统采用伺服电机。

[0029] 实施例1

[0030] 第一步、原料干燥

[0031] 在150℃循环风烘箱内干燥5小时,干燥过程中应防止灰尘、杂质混入其中,而导致产品产生黑点等不良缺陷。

[0032] 第二步、投料工艺

[0033] 采用投料计量器9进行投料,保证在挤出过程中料斗不空。防止杂物、杂料进入堵塞下料口。

[0034] 第三步、挤出工艺

[0035] 采用35mm单螺杆挤出机,料筒分为三段加热,加料段温度375℃,压缩段370℃,均化段380℃,机头适配器温度370℃,聚醚醚酮薄壁结晶管模具温度依次为360℃,345℃,330℃;开机升温至设定温度,保温一段时间,使机器和模具内外温度均匀一致,启动螺杆电机时先慢速运转,慢慢加快转速至所需转速;当塑料熔体从机头13挤出时,应先观察塑料熔体的塑化情况和管壁厚是否均匀,根据具体情况来调节加热温度和模头间隙。

[0036] 第四步、定型结晶工艺

[0037] 塑料熔体从机头13挤出后,经特殊设计的结晶定型装置14一步在线法完成定径、结晶和热处理,再经冷却水槽完全冷却定型,三段温度分别设置为180、220、25℃,真空度0.15MPa。

[0038] 第五步、牵引工艺

[0039] 在冷却水槽出口位置装有牵引装置15,调节牵引装置15的速度保持恒定,使聚醚醚酮薄壁结晶管均匀前进,保持产品的质量。

[0040] 第六步、切割工艺

[0041] 根据设定好的长度自动切断聚醚醚酮薄壁结晶管。

[0042] 生产所得聚醚醚酮薄壁结晶管,其外径为5mm,内径为0.5mm。

[0043] 实施例2

[0044] 第一步、原料干燥

[0045] 在150℃循环风烘箱内干燥5小时,干燥过程中应防止灰尘、杂质混入其中,而导致产品产生黑点等不良缺陷。

[0046] 第二步、投料工艺

[0047] 采用投料计量器9进行投料,保证在挤出过程中料斗不空。防止杂物、杂料进入堵塞下料口。

[0048] 第三步、挤出工艺

[0049] 采用35mm单螺杆挤出机,料筒分为三段加热,加料段温度380℃,压缩段375℃,均化段385℃,机头适配器温度375℃,聚醚醚酮薄壁结晶管模具温度依次为360℃,350℃,335℃;开机升温至设定温度,保温一段时间,使机器和模具内外温度均匀一致,启动螺杆电机

时先慢速运转,慢慢加快转速至所需转速;当塑料熔体从机头13挤出时,应先观察塑料熔体的塑化情况和管壁厚是否均匀,根据具体情况来调节加热温度和模头间隙。

[0050] 第四步、定型结晶工艺

[0051] 塑料熔体从机头13挤出后,经特殊设计的结晶定型装置14一步法完成定径、结晶和热处理,再经冷却水槽完全冷却定型,三段温度分别设置为210、240、20℃,真空度0.25MPa。

[0052] 第五步、牵引工艺

[0053] 在冷却水槽出口位置装有牵引装置15,调节牵引装置15的速度保持恒定,使聚醚醚酮薄壁结晶管均匀前进,保持产品的质量。

[0054] 第六步、切割工艺

[0055] 根据设定好的长度自动切断聚醚醚酮薄壁结晶管。

[0056] 生产所得聚醚醚酮薄壁结晶管,其外径为22mm,内径为1.0mm。

[0057] 实施例3

[0058] 第一步、原料干燥

[0059] 在150℃循环风烘箱内干燥5小时,干燥过程中应防止灰尘、杂质混入其中,而导致产品产生黑点等不良缺陷。

[0060] 第二步、投料工艺

[0061] 采用投料计量器9进行投料,保证在挤出过程中料斗不空。防止杂物、杂料进入堵塞下料口。

[0062] 第三步、挤出工艺

[0063] 采用35mm单螺杆挤出机,料筒分为三段加热,加料段温度380℃,压缩段370℃,均化段380℃,机头适配器温度370℃,聚醚醚酮薄壁结晶管模具温度依次为355℃,340℃,325℃;开机升温至设定温度,保温一段时间,使机器和模具内外温度均匀一致,启动螺杆电机时先慢速运转,慢慢加快转速至所需转速;当塑料熔体从机头13挤出时,应先观察塑料熔体的塑化情况和管壁厚是否均匀,根据具体情况来调节加热温度和模头间隙。

[0064] 第四步、定型结晶工艺

[0065] 塑料熔体从机头13挤出后,经特殊设计的结晶定型装置14一步法完成定径、结晶和热处理,再经冷却水槽完全冷却定型,三段温度分别设置为200、230、22℃,真空度0.2MPa。

[0066] 第五步、牵引工艺

[0067] 在冷却水槽出口位置装有牵引装置15,调节牵引装置15的速度保持恒定,使聚醚醚酮薄壁结晶管均匀前进,保持产品的质量。

[0068] 第六步、切割工艺

[0069] 根据设定好的长度自动切断聚醚醚酮薄壁结晶管。

[0070] 生产所得聚醚醚酮薄壁结晶管,其外径为12mm,内径为0.15mm。

[0071] 通过本发明的实施可以将薄壁结晶管的壁厚偏差根据壁厚控制在 $\pm\delta$ (1.25-2.5)%以内, δ 为壁厚。成品率可以从常规方法的92%提高到98%及以上。

[0072] 以上所述,仅为本发明创造较佳的具体实施方式,但本发明创造的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明创造披露的技术范围内,根据本发明

创造的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本发明创造的保护范围之内。

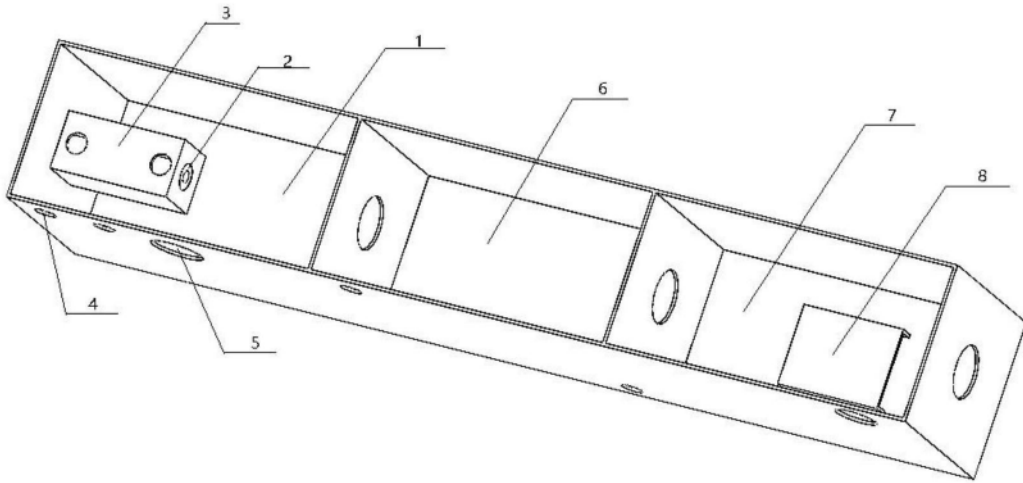


图1

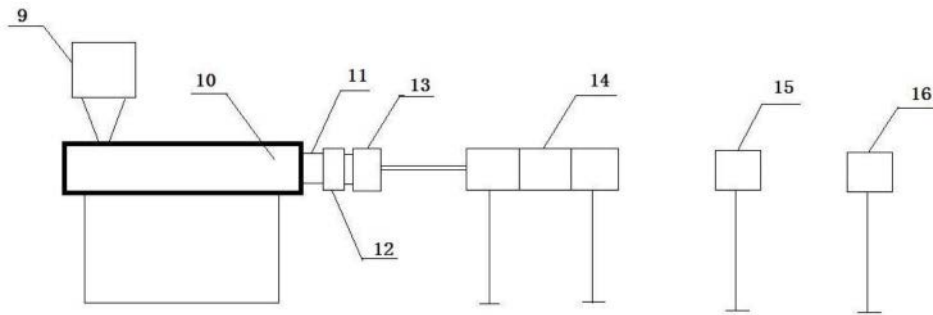


图2