

溶剂法制备尼龙 1212 粉末工艺研究

张建斌 张全福 徐春艳 徐 伟

(山东东辰工程塑料有限公司, 济南 250220)

摘要 研究了溶剂法在尼龙 1212 粉末生产中的应用的可行性, 并讨论了溶剂配比、恒温温度、恒温时间等因素对尼龙 1212 粉末粒度的影响。试验结果表明, 采用溶剂法可有效地生产尼龙 1212 粉末, 生产的最佳工艺条件为: 尼龙树脂 溶剂 = 1 20, 恒温温度为 180℃, 恒温时间为 8 h。在此工艺条件下生产的尼龙 1212 粉末的 75 μm 筛通过率可达 85% 以上。

关键词 尼龙 1212 尼龙粉末 溶剂法 工艺

尼龙粉末是热塑性粉末涂料家族中的一员, 它的性能不同于其它热塑性树脂(聚氨酯、聚酯、聚乙烯), 它具有尼龙树脂的共同性能, 特点是耐冲击、拉伸强度高、耐磨、自润滑、电绝缘、耐化学药品性能好。尼龙粉末作为涂料的优点是: 涂装加工性好, 在较宽的温度范围内表现出优良的冲击性能和较强的韧性, 耐磨、耐候、电气绝缘性能好, 着色性能好, 无毒无味, 涂装后可进行机械加工等。尼龙粉末具有耐各种恶劣工作环境的能力, 可以用于机械磨损零件的修复、金属与非金属材料的粘结、橡胶和双烯结构材料的改性、塑料磁铁的成型原料等。尼龙粉末由于性能优异, 所以在工业上具有重要的使用价值, 广泛地应用于化工、机械、汽车、电器、海洋水产业等领域, 并逐渐向装饰、消音减震等领域发展。

尼龙粉末的制备方法主要包括机械粉碎法(亦称深冷粉碎法) 和溶剂法(可分为酸溶剂沉淀法和醇溶剂沉淀法)。

机械粉碎法的步骤为: 预先将尼龙树脂颗粒投入到液氮中冷冻(-196°C), 然后和液氮一起加到滑轮粉碎机中进行粉碎, 经旋风分离, 即得尼龙粉末。

溶剂法的步骤为: 在一定温度和压力下, 将尼龙树脂溶于溶剂中, 然后将热溶液进行冷却、析出、分离、清洗、烘干、过筛, 即成尼龙粉末。

比较两种方法可见, 机械粉碎法虽然工艺简单, 能连续化生产, 但需专用深冷设备, 投资大, 又消耗大量的能源和液氮, 生产出的粉末颗粒细度受限制, 同时颗粒表面呈棱角形, 有凸凹不平, 成须状。而溶剂法加工成本低, 能源消耗少, 方法简单, 设备投资少, 又可以通过控制工艺条件生产出所需细度的粉末。

尼龙 1212 树脂系尼龙塑料中的新品种, 属长碳

链尼龙系列。与常用的尼龙 6、尼龙 66 相比, 尼龙 1212 具有更好的耐磨性能, 并具有极好的低温柔韧性, 密度小, 吸水率低, 在潮湿条件下能保持良好的尺寸稳定性等特点。用尼龙 1212 树脂制备的尼龙粉末可广泛应用于洗碗机、购物车及各类体育器材的表面喷涂, 替代进口的尼龙 11、尼龙 12 等粉末涂料。

由于尼龙 1212 具有优异的低温柔韧性, 所以采用冷冻粉碎的方法生产尼龙 1212 粉末更加困难, 尤其是生产粒度较细的粉末时, 往往收率很低。笔者着重讨论了溶剂法生产尼龙 1212 粉末的工艺要点, 旨在解决小粒径尼龙 1212 粉末的生产问题。

1 实验部分

1.1 原材料

尼龙 1212 树脂: 熔体流动速率(MFR) 为 40 g / 10 min, 自制;

工业乙醇: 浓度 85 %, 市售。

1.2 设备及仪器

数显洛氏硬度计: HRS - 150 型, 莱州华银实验仪器有限公司;

塑料球压痕硬度计: QYS - 96 型, 长春市智能仪器设备研究所;

熔体流动速率仪: XWR - 400 型, 承德试验机厂;

冲击试验机: XJJ - 50 型, 承德试验机厂;

微机控制电子万能试验机: CMT420 型, 深圳市新三思计量技术有限公司;

热变形维卡温度测定仪: XWB - 300D 型, 承德材料试验机厂;

注塑机: LY - 80 型, 张家港利源机械有限公司。

1.3 超细尼龙 1212 粉末的制备

由于酸溶剂法对设备腐蚀严重, 溶剂回收困难, 且污染环境。而乙醇价格低廉, 生产厂家多, 采购方便, 生产后固液易分离, 无污染, 故选择乙醇作溶剂。

将尼龙 1212 树脂和一定比例的乙醇加到高压釜内, 密封加热到一定温度和压力, 恒温恒压一定时间, 待尼龙 1212 树脂溶解成饱和醇溶液, 然后冷却到 50 ~ 60 ℃, 析出沉淀物, 经放料、分离、清洗、烘干、研磨、筛分即得到尼龙 1212 粉末产品。分离出的醇溶剂, 可以加到新醇溶剂中继续使用, 洗液可经蒸馏循环使用。工艺流程如图 1 所示。

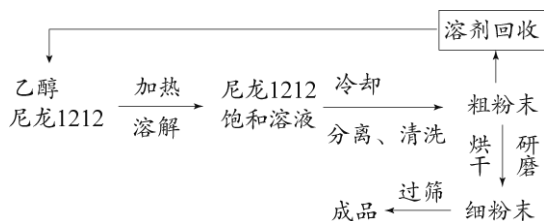


图 1 生产尼龙 1212 粉末的工艺流程

1.4 性能测试

冲击强度按 GB/T 1043 - 93 测试;

拉伸性能按 GB/T 1039 - 92 测试;

热变形温度按 GB/T 1634 - 79 测试;

弯曲性能按 GB/T 9341 - 88 测试;

MFR 按 GB/T 3682 - 89 测试。

2 结果与讨论

2.1 溶剂用量对尼龙 1212 粉末细度的影响

从市场供求情况来看, 尼龙粉末主要需求集中在 75 μm 左右的产品, 更高细度的尼龙粉末目前需求相对很少。所以笔者研究的重点并不是如何生产出更细的尼龙粉末, 而是着重研究提高 75 μm 尼龙 1212 粉末收率的工艺方法。

图 2 是溶剂用量对尼龙 1212 粉末细度的影响。由图 2 可以看出, 溶剂的用量直接影响尼龙 1212 粉末的粒径大小, 溶剂用量越大, 粉末的粒径就越小, 75 μm 筛通过率越高。但溶剂用量越大, 溶剂的消耗和溶剂回收的量也越大, 能源消耗高, 成本就越高, 所以应该根据所需粉末的粒度选择适当的溶剂用量。针对 75 μm 尼龙 1212 粉末的生产, 最佳配比为尼龙 1212 树脂 溶剂 = 1 20, 75 μm 筛通过率可达 85% 以上。

2.2 恒温温度对尼龙 1212 粉末细度的影响

用溶剂法制备尼龙粉末的过程实质上就是一个聚合物加热溶解的过程, 不同温度(或压力)生成粉

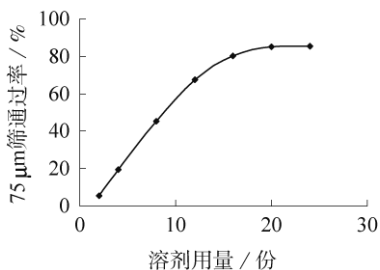


图 2 溶剂用量对尼龙 1212 粉末细度的影响

末的粒度也不同。尼龙粉末的制备过程并不是一个恒温过程, 而是要经历升温、恒温、降温 3 个阶段。图 3 示出不同恒温温度对尼龙 1212 粉末细度的影响。从图 3 可以看出, 由于整个反应过程都是在一个完全密闭的容器里进行, 所以系统的温度和压力存在相互依赖关系, 温度低, 压力也低, 则树脂溶解慢且不完全, 生产出的粉末就比较粗糙。温度提高时压力也升高, 树脂溶解完全, 粉末粒径就变小。但是, 在恒温温度提高的同时, 系统压力也同时升高, 系统安全性下降, 且能源消耗增加, 所以恒温温度也并非越高越好。由图 3 可以看出, 生产 75 μm 的尼龙 1212 粉末的最佳恒温温度为 180 ℃。

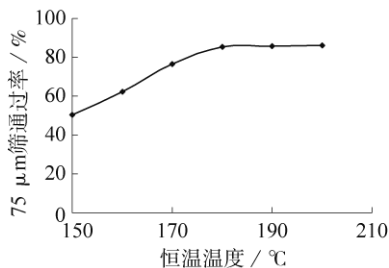


图 3 恒温温度对尼龙 1212 粉末细度的影响

2.3 恒温时间的选择

不同恒温时间生成的尼龙 1212 粉末粒度不同, 根据所需粉末的用途, 控制恒温时间就可得到所需粒度的尼龙 1212 粉末。图 4 是恒温时间对尼龙 1212 粉末细度的影响。

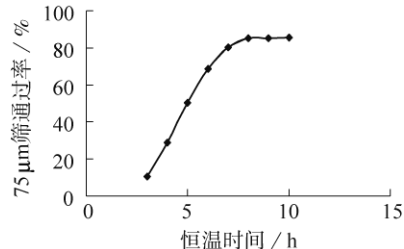


图 4 恒温时间对尼龙 1212 粉末细度的影响

由图 4 可以看出, 恒温时间越长, 粉末的粒径越小, 75 μm 筛的通过率越高; 恒温时间越短, 则粒径越大, 75 μm 筛的通过率越低; 恒温时间过短时, 还

可能出现溶解不完全的现象。但恒温时间也不宜过长, 否则就会造成设备、能源的浪费, 生产效率也会降低。从试验的情况来看, 生产 75 μm 尼龙 1212 粉末的最佳恒温时间为 8 h。

2.4 尼龙 1212 粉末产品的性能

把制备的尼龙 1212 粉末烘干, 然后挤出造粒, 最后注射成型标准试样进行全面性能检测, 表 1 把尼龙 1212 粉末的物理力学性能和原树脂的性能进行了对比。由表 1 可以看出, 尼龙 1212 粉末基本保留了尼龙 1212 树脂的物理性能, 力学强度方面略有下降, 这是由于溶解过程导致的分子量下降所致。

3 结论

(1) 溶剂法生产尼龙 1212 粉末的最佳工艺条件为尼龙树脂 溶剂 = 1 20; 恒温温度 180℃, 恒温时间 8 h。在上述工艺条件下, 75 μm 筛通过率可达 85% 以上。

表 1 尼龙 1212 树脂及粉末的性能对比

项 目	树脂	粉末
熔点 /℃	185.3	184.6
拉伸强度 /MPa	44.31	41.87
断裂伸长率 /%	348.31	378.56
弯曲强度 /MPa	27.68	25.45
缺口冲击强度 /kJ · m ⁻²	23.52	23.84
冲击强度 /kJ · m ⁻²	25 J 不断	25 J 不断
MFR/g · (10 min) ⁻¹	38.51	46.82
热变形温度 /℃	140.2	138.7
粉末总收率 /%		98.5

(2) 溶剂法生产的尼龙 1212 粉末基本保持了尼龙 1212 树脂原有的物理力学性能。

参 考 文 献

1 刘海廷, 丁淑珍, 郑旭华. 常压法生产细尼龙粉末与应用. 化学工程师, 1995(2): 47
2 丁淑珍, 李云飞. 用尼龙废丝制尼龙粉末 6. 化学工程师, 1994(5): 53

TECHNOLOGICAL RESEARCH OF NYLON 1212 POWDER WITH SOLVENT METHOD

Zhang Jianbin, Zhang Quanfu, Xu Chunyan, Xu Wei
(Shandong Dongchen Engineering Plastics Co. Ltd., Jinan 250220, China)

ABSTRACT The application of solvent method in the preparation of nylon 1212 powder was investigated, including the influence of various technological conditions, such as the dosage of the solvent, processing temperature and the constant temperature time. The experimental data show that using solvent method can effectively produce nylon 1212 powder, and the optimal technological conditions are: nylon resin/solvent = 1/20, processing temperature being about 180℃, constant temperature time being about 8 hours. With proper technological conditions, the passage of nylon powder through 75 μm screen can reach 85%.

KEYWORDS nylon 1212, nylon powder, solvent method, technology

欢迎订阅《2003 年塑料助剂和塑料加工应用技术研讨会论文集》

为推动我国工程塑料加工应用技术进步, 中国工程塑料工业协会加工应用专委会与塑料助剂专委会于 2003 年 11 月 4 日 ~7 日联合在浙江余姚市召开“2003 年塑料助剂和塑料加工应用技术研讨会”。为配合这次会议, 《工程塑料应用》杂志社从本次会议征集的众多会议论文中优选了 105 篇优秀论文, 编辑出版了本次会议的《论文集》。论文内容涉及及有关塑料助剂和工程塑料的合成、改性、生产、加工、应用、测试、模具、加工设备、文献综述、供需市场及预测等。在这些论文中, 有新型塑料助剂、国内外塑料助剂进展及市场、塑料加工新工艺、塑料改性新技术、塑料新材料及其应用, 以及塑料模具与设备改进、计算机在塑料模具设计制造中的应用等反映塑料助剂及塑料改性、加工、应用等方面最新发展的论文。

该《论文集》内容丰富、技术水平高, 集中研讨了当前行业人士关心的“热点”、“难点”问题, 给塑料行业今后的发展指出了明确的方向。适于从事塑料助剂、工程塑料的研究、

生产和教学的工程技术人员、大专院校师生阅读。另我社尚有部分 2002 年、2001 年和 2000 年编辑出版的《论文集》, 价格优惠, 欢迎广大读者同时订阅。

《2003 年塑料助剂和塑料加工应用技术研讨会论文集》 50 元/册;
《2002 年中国工程塑料加工应用技术研讨会论文集》 40 元/册;
《2001 年中国工程塑料加工及模具技术研讨会论文集》 30 元/册;
《2000 年中国工程塑料加工应用技术研讨会论文集》 20 元/册。

邮局汇款

收款单位: 山东省济南市 108 信箱杂志社
邮政编码: 250031
电话: 0531 - 5816706 - 802, 805 5947355

银行汇款

户名: 中国兵器工业第五三研究所
开户银行: 济南市工商银行八一分理处
帐号: 1602001209014424079