



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111138869 B

(45) 授权公告日 2022.06.03

(21) 申请号 201911409798.4

(22) 申请日 2019.12.31

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111138869 A

(43) 申请公布日 2020.05.12

(73) 专利权人 山东振曦新材料科技有限公司  
地址 265300 山东省烟台市栖霞市仙霞路  
北首颐新电子商务产业园

(72) 发明人 徐古月 马世俊 衣同喜 柳尧东

(74) 专利代理机构 青岛科通知桥知识产权代理  
事务所(普通合伙) 37273  
专利代理师 李佳

(51) Int. Cl.

C08L 91/06 (2006.01)

C08K 5/524 (2006.01)

C08K 5/526 (2006.01)

C07F 9/141 (2006.01)

C07F 9/145 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 106751933 A, 2017.05.31

CN 1123284 A, 1996.05.29

CN 1624044 A, 2005.06.08

GB 1180836 A, 1970.02.11

CN 106243745 A, 2016.12.21

CN 110317458 A, 2019.10.11

JP 2000198908 A, 2000.07.18

CN 106751933 A, 2017.05.31

张忠厚等. 氯化石蜡高效复合稳定剂的研究.《郑州轻工业学院学报(自然科学版)》.2006, 第21卷(第3期),

John R. Monnier et al.. Effects of chlorine and chlorine dynamics during silver-catalyzed epoxidation of butadiene.《Journal of Catalysis》.2004, 第226卷(第2期), 第321-333页.

审查员 韩宁宁

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡

(57) 摘要

本发明公开了一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧化合物0.2~0.5份、热稳定剂0.2~0.3份。本发明以环氧化合物、热稳定剂依次与煤制油氯化石蜡脱气底料混合加工,使煤制油氯化石蜡成品热分解温度高,与下游产品PVC树脂相容性好,解决了煤制油氯化石蜡长期因热稳定性不高,难以进入高端市场、应用受限的问题。本发明具有潜在的市场价值。

1. 一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧化合物0.2~0.5份、热稳定剂0.2~0.3份,制备方法包括:

(1) 将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;

(2) 在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧化合物进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃;

(3) 将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^{\circ}\text{C}$ 煤制油氯化石蜡;

热稳定剂的制备方法包括:

I、将亚磷酸酯与多元醇加入到反应釜中,加入碱金属氢氧化物,升温搅拌,并通入N<sub>2</sub>保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;

II、继续升温至180~200℃反应2h;

III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入缩水甘油醚、抗氧剂、抗紫外线吸收剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品;

热稳定剂包括:亚磷酸酯4~8份、多元醇5~10份、碱金属氢氧化物0.01~0.05份、缩水甘油醚70~90份、抗紫外线吸收剂0.01~1份、抗氧剂0.1~5份、 $\beta$ -二酮0.01~2份。

2. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:亚磷酸酯为亚磷酸三辛酯、亚磷酸二苯葵酯、亚磷酸三壬酯、亚磷酸三苯酯、亚磷酸一苯二异辛酯、亚磷酸二苯一异辛酯一种或几种。

3. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:多元醇为乙二醇、1,2-丙二醇、1,4-丁二醇、1,3-丁二醇、丙三醇、环六醇、季戊四醇、三羟基甲基丙烷、三羟基甲基乙烷、木糖醇、山梨醇一种或几种。

4. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:碱金属氢氧化物为氢氧化钠、氢氧化钾一种或两种。

5. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:缩水甘油醚为乙二醇二缩水甘油醚、丁二醇二缩水甘油醚、丙二醇二缩水甘油醚、正丁醇缩水甘油醚、丙三醇缩水甘油醚一种或几种。

6. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:环氧化合物为环氧大豆油、环氧甲酯、环氧氯丙烷、环氧亚麻籽油一种或几种。

7. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:抗紫外线吸收剂为UV-531、UV-326、UV-327、UV-328、UV-P、UV-O、UV-9一种或几种。

8. 根据权利要求1所述的一种热分解温度达180℃的煤制油氯化石蜡,其特征在于:抗氧剂为抗氧剂164、抗氧剂264、抗氧剂1010、抗氧剂1076、抗氧剂GA-80一种或几种。

## 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡

### 技术领域

[0001] 本发明涉及氯化石蜡产品领域,特别涉及一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡。

### 背景技术

[0002] 煤制油也称煤液化油,是以煤炭为原料生产的液体燃料和化工原料,其中一部分煤制油(煤制石蜡)是目前氯化石蜡生产的重要原料,这种煤制石蜡相对传统石油级石蜡要廉价很多,较低的成本也是煤制油氯化石蜡生产和推广的主要优势,不仅节约了进口石油级石蜡的外汇开支,也满足了国内对氯化石蜡的需求。

[0003] 但是煤制石蜡芳烃、氮、硫等杂质含量高,异构烷烃含量高,因此制得的氯化石蜡产品颜色深、热稳定性相对石油级氯化石蜡要低的多,性能短板明显,缺乏市场竞争力,只能应用中低端产品中,限制了该类产品的市场推广,因此如何高效的提高煤制油氯化石蜡的热稳定性以达到石油级氯化石蜡的质量标准,成为该领域急需解决的技术难点。

[0004] 提高煤制油氯化石蜡的热稳定性一般从两个方面进行:一是制备氯化石蜡时应做好脱气环节,严格控制产品酸值,尽量减少HCl的存在,因为HCl在氯化石蜡产品中有自催化作用,可使氯化石蜡进一步分解,影响其热稳定性;二是氯化石蜡在存储过程中因长时间受热或光照(紫外线),缓慢分解释放出的HCl也影响其稳定性,因此选择高效的热稳定剂以提高氯化石蜡热稳定性。

[0005] 乙二醇二缩水甘油醚是传统的氯化石蜡稳定剂,但其结构单一用于煤制油氯化石蜡热稳定性改善有限,且价格昂贵,一些含金属的氯化石蜡稳定剂虽效果好,但是对产品颜色影响太大,均不满足经济实用、热稳定性高和优秀的耐黄变性能。

### 发明内容

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡。

[0007] 本发明的技术方案为:一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧化合物0.2~0.5份、热稳定剂0.2~0.3份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧化合物进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^{\circ}\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0008] 进一步的,热稳定剂包括:亚磷酸酯4~8份、多元醇5~10份、碱金属氢氧化物0.01~0.05份、缩水甘油醚70~90份、抗紫外线吸收剂0.01~1份、抗氧剂0.1~5份、 $\beta$ -二酮0.01~2份。

[0009] 进一步的,热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸酯与多元醇加入到反应釜中,加入碱金属氢氧化物催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温

度至固体全部溶解；Ⅱ、继续升温至180~200℃反应2h；Ⅲ、停止加热，冷却至50~60℃过滤，然后在滤液中依次加入缩水甘油醚、抗氧化剂、抗紫外线剂、β-二酮搅拌1~2h，至固体全部溶解，得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0010] 进一步的，亚磷酸酯为亚磷酸三辛酯、亚磷酸二苯葵酯、亚磷酸三壬酯、亚磷酸三苯酯、亚磷酸一苯二异辛酯、亚磷酸二苯一异辛酯一种或几种。

[0011] 进一步的，多元醇为乙二醇、1,2-丙二醇、1,4-丁二醇、1,3-丁二醇、丙三醇、环六醇、季戊四醇、三羟基甲基丙烷、三羟基甲基乙烷、木糖醇、山梨醇一种或几种。

[0012] 进一步的，碱金属氢氧化物催化剂为氢氧化钠、氢氧化钾一种或两种。

[0013] 进一步的，缩水甘油醚为乙二醇二缩水甘油醚、丁二醇二缩水甘油醚、丙二醇二缩水甘油醚、正丁醇缩水甘油醚、丙三醇缩水甘油醚一种或几种。

[0014] 进一步的，环氧化合物为环氧大豆油、环氧甲酯、环氧氯丙烷、环氧亚麻籽油一种或几种。

[0015] 进一步的，抗紫外线吸收剂为UV-531、UV-326、UV-327、UV-328、UV-P、UV-O、UV-9一种或几种。

[0016] 进一步的，抗氧化剂为抗氧化剂164、抗氧化剂264、抗氧化剂1010、抗氧化剂1076、抗氧化剂GA-80一种或几种。

[0017] 本发明取得了以下的技术效果：(1) 使用环氧化合物对煤制油氯化石蜡脱气底料在低温时进行预处理，保证了体系中HCl含量降到最低，提高了产品热稳定性及存储稳定剂。(2) 自主合成的热稳定剂成本低，热稳定效率突出，有效抑制煤制油氯化石蜡产品的初期着色，改善产品的耐黄变性能，减缓产品的分解速度，延长黄变时间，提高产品整体的热稳定性。(3) 打破煤制油氯化石蜡热分解温度多年徘徊在140~150℃的技术瓶颈，使其在稳定剂成本不变的情况下，热分解稳定度达到180℃以上。本发明具有潜在的市场价值。

## 具体实施方式

[0018] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。下列实施例中未注明具体条件的实验方法们通常按照常规条件进行操作。除非另行定义，文中所述实用的所有专业与科学用语与本领域熟练人员所熟悉的意义相同。

[0019] 实施例1

[0020] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡，包括以下各组份：煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧大豆油0.2份、热稳定剂0.2份，制备方法包括：(1) 将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h，除去氯化反应生成的HCl，并降温至70~80℃，形成煤制油氯化石蜡脱气底料；(2) 在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧大豆油进行预处理，通过鼓风机混合1h，进一步除去残留的HCl，并将温度降至50~60℃；(3) 将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中，搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0021] 热稳定剂包括：亚磷酸一苯二异辛酯4份、季戊四醇5份、氢氧化钠0.01份、乙二醇二缩水甘油醚70份、UV-531抗紫外线吸收剂0.01份、抗氧化剂264 0.1份、β-二酮0.01份。热稳定剂的制备方法包括：I、将亚磷酸一苯二异辛酯与季戊四醇加入到反应釜中，加入氢氧化

钠催化剂,升温搅拌,并通入 $N_2$ 保护,当温度达到 $150\sim 160^\circ C$ 时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至 $180\sim 200^\circ C$ 反应2h;III、停止加热,冷却至 $50\sim 60^\circ C$ 过滤,然后在滤液中依次加入乙二醇二缩水甘油醚、抗氧化剂264、UV-531抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌 $1\sim 2h$ ,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

#### [0022] 实施例2

[0023] 一种热分解温度达 $180^\circ C$ 煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧大豆油0.2份、热稳定剂0.2份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理 $1\sim 2h$ ,除去氯化反应生成的HCl,并降温至 $70\sim 80^\circ C$ ,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧大豆油进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至 $50\sim 60^\circ C$ ;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ C$ 煤制油氯化石蜡。

[0024] 热稳定剂包括:亚磷酸一苯二异辛酯6份、季戊四醇7.5份、氢氧化钠0.03份、乙二醇二缩水甘油醚80份、UV-531抗紫外线吸收剂0.05份、抗氧化剂264 3份、 $\beta$ -二酮1份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸一苯二异辛酯与季戊四醇加入到反应釜中,加入氢氧化钠催化剂,升温搅拌,并通入 $N_2$ 保护,当温度达到 $150\sim 160^\circ C$ 时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至 $180\sim 200^\circ C$ 反应2h;III、停止加热,冷却至 $50\sim 60^\circ C$ 过滤,然后在滤液中依次加入乙二醇二缩水甘油醚、抗氧化剂264、UV-531抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌 $1\sim 2h$ ,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

#### [0025] 实施例3

[0026] 一种热分解温度达 $180^\circ C$ 煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧大豆油0.2份、热稳定剂0.2份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理 $1\sim 2h$ ,除去氯化反应生成的HCl,并降温至 $70\sim 80^\circ C$ ,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧大豆油进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至 $50\sim 60^\circ C$ ;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ C$ 煤制油氯化石蜡。

[0027] 热稳定剂包括:亚磷酸一苯二异辛酯8份、季戊四醇10份、氢氧化钠0.05份、乙二醇二缩水甘油醚90份、UV-531抗紫外线吸收剂1份、抗氧化剂264 5份、 $\beta$ -二酮2份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸一苯二异辛酯与季戊四醇加入到反应釜中,加入氢氧化钠催化剂,升温搅拌,并通入 $N_2$ 保护,当温度达到 $150\sim 160^\circ C$ 时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至 $180\sim 200^\circ C$ 反应2h;III、停止加热,冷却至 $50\sim 60^\circ C$ 过滤,然后在滤液中依次加入乙二醇二缩水甘油醚、抗氧化剂264、UV-531抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌 $1\sim 2h$ ,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

#### [0028] 实施例4

[0029] 一种热分解温度达 $180^\circ C$ 煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧甲酯0.4份、热稳定剂0.25份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理 $1\sim 2h$ ,除去氯化反应生成的HCl,并降温至 $70\sim 80^\circ C$ ,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧甲酯进行预处理,

通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃; (3) 将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0030] 热稳定剂包括:亚磷酸三苯酯4份、乙二醇5份、氢氧化钾0.01份、正丁醇缩水甘油醚70份、UV-326抗紫外线吸收剂0.01份、抗氧剂1010 0.1份、 $\beta$ -二酮0.01份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸三苯酯与乙二醇加入到反应釜中,加入氢氧化钾催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至180~200℃反应2h;III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入正丁醇缩水甘油醚、抗氧剂1010、UV-326抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0031] 实施例5

[0032] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧甲酯0.4份、热稳定剂0.25份,制备方法包括:(1) 将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2) 在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧甲酯进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃; (3) 将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0033] 热稳定剂包括:亚磷酸三苯酯6份、乙二醇7.5份、氢氧化钾0.03份、正丁醇缩水甘油醚80份、UV-326抗紫外线吸收剂0.05份、抗氧剂1010 3份、 $\beta$ -二酮1份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸三苯酯与乙二醇加入到反应釜中,加入氢氧化钾催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至180~200℃反应2h;III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入正丁醇缩水甘油醚、抗氧剂1010、UV-326抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0034] 实施例6

[0035] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧甲酯0.4份、热稳定剂0.25份,制备方法包括:(1) 将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2) 在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧甲酯进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃; (3) 将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^\circ\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0036] 热稳定剂包括:亚磷酸三苯酯8份、乙二醇10份、氢氧化钾0.05份、正丁醇缩水甘油醚90份、UV-326抗紫外线吸收剂1份、抗氧剂1010 5份、 $\beta$ -二酮2份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸三苯酯与乙二醇加入到反应釜中,加入氢氧化钾催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至180~200℃反应2h;III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入正丁醇缩水甘油醚、抗氧剂1010、UV-326抗紫外线剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明

热稳定剂成品。

[0037] 实施例7

[0038] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧氯丙烷0.5份、热稳定剂0.3份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧氯丙烷进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^{\circ}\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0039] 热稳定剂包括:亚磷酸二苯葵酯4份、山梨醇5份、氢氧化钾与氢氧化钠混合物0.01份、丙三醇缩水甘油醚70份、UV-P抗紫外线吸收剂0.01份、抗氧剂GA-80 0.1份、 $\beta$ -二酮0.01份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸二苯葵酯与山梨醇加入到反应釜中,加入氢氧化钾与氢氧化钠混合物催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至180~200℃反应2h;III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入丙三醇缩水甘油醚、抗氧剂GA-80、UV-P抗紫外线吸收剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0040] 实施例8

[0041] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧氯丙烷0.5份、热稳定剂0.3份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中加入环氧氯丙烷进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^{\circ}\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0042] 热稳定剂包括:亚磷酸二苯葵酯6份、山梨醇7.5份、氢氧化钾与氢氧化钠混合物0.03份、丙三醇缩水甘油醚80份、UV-P抗紫外线吸收剂0.05份、抗氧剂GA-80 3份、 $\beta$ -二酮1份。热稳定剂的制备方法包括:I、将亚磷酸二苯葵酯与山梨醇加入到反应釜中,加入氢氧化钾与氢氧化钠混合物催化剂,升温搅拌,并通入 $\text{N}_2$ 保护,当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解;II、继续升温至180~200℃反应2h;III、停止加热,冷却至50~60℃过滤,然后在滤液中依次加入丙三醇缩水甘油醚、抗氧剂GA-80、UV-P抗紫外线吸收剂、 $\beta$ -二酮搅拌1~2h,至固体全部溶解,得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0043] 实施例9

[0044] 一种热分解温度达180℃煤制油氯化石蜡,包括以下各组份:煤制油氯化石蜡脱气底料100份、环氧氯丙烷0.5份、热稳定剂0.3份,制备方法包括:(1)将氯化完毕的煤制油氯化石蜡进行鼓风机脱气处理1~2h,除去氯化反应生成的HCl,并降温至70~80℃,形成煤制油氯化石蜡脱气底料;(2)在步骤(1)煤制油氯化石蜡脱气底料中再加入环氧氯丙烷进行预处理,通过鼓风机混合1h,进一步除去残留的HCl,并将温度降至50~60℃;(3)将热稳定剂加入到步骤(2)得到的煤制油氯化石蜡底料混合物中,搅拌均匀即可得到分解温度 $\geq 180^{\circ}\text{C}$ 煤制油氯化石蜡。

[0045] 热稳定剂包括：亚磷酸二苯葵酯8份、山梨醇10份、氢氧化钾与氢氧化钠混合物0.05份、丙三醇缩水甘油醚90份、UV-P抗紫外线吸收剂1份、抗氧剂GA-80 5份、β-二酮2份。热稳定剂的制备方法包括：I、将亚磷酸二苯葵酯与山梨醇加入到反应釜中，加入氢氧化钾与氢氧化钠混合物催化剂，升温搅拌，并通入N<sub>2</sub>保护，当温度达到150~160℃时保持反应温度至固体全部溶解；II、继续升温至180~200℃反应2h；III、停止加热，冷却至50~60℃过滤，然后在滤液中依次加入丙三醇缩水甘油醚、抗氧剂GA-80、UV-P抗紫外线吸收剂、β-二酮搅拌1~2h，至固体全部溶解，得到无色、均匀透明热稳定剂成品。

[0046] 对比例1

[0047] 对比例1与实施例2基本相同，所不同的是不加热稳定剂。

[0048] 对比例2

[0049] 对比例1与实施例2基本相同，不加环氧大豆油。

[0050] 对比例3

[0051] 对比例1与实施例2基本相同，所不同的是环氧大豆油与热稳定剂同时加入。

[0052] 对比例4

[0053] 对比例3与实施例2基本相同，所不同的是热稳定剂为市面上常用的稳定剂。

[0054] 对比例5

[0055] 市售石油级氯化石蜡成品。

[0056] 对比实验

[0057] (1) 刚果红实验

[0058] 将实施例1-9、对比例1-5，用滴管一次吸取相同量装入试管，试管口塞上一个下方挂有刚果红试纸的塞子，刚果红试纸下方距物料上液面边缘2cm，将试管放入油浴锅中，缓慢加热，记录刚果红试纸变蓝的温度即为分解温度。

[0059] (2) 变色实验

[0060] 将实施例1-9、对比例1-5记录其初始色度值，放入实验柜，避光放置30天后测试色度值变化。

[0061] (3) 耐温实验

[0062] 将实施例1-9、对比例1-5分别称取80g样品各放入100毫升玻璃烧杯中，记录初始色度，将玻璃烧杯放置带旋转盘的烘箱中，180℃放置60min考察产品颜色色度值变化。

[0063] 实验(1)(2)(3)的实验结果如表1所示。

[0064] 表1为实验(1)(2)(3)结果表



实验样品	热分解温度 (°C)	室温避光放置 30 天 色度值增加	180°C 放置 60min 色 度值增加
实施例 1	182	0	200
实施例 2	184	0	180
实施例 3	183	0	210
实施例 4	181	0	210
实施例 5	183	0	220
实施例 6	183	0	210
[0065] 实施例 7	183	0	250
实施例 8	184	0	240
实施例 9	181	0	260
对比例 1	121	50	600
对比例 2	162	0	380
对比例 3	170	0	320
对比例 4	158	20	400
对比例 5	178	10	320

[0066] 由表1可以看出,实施例1-9所制备的煤制油氯化石蜡显示出优异的热分解温度和抗变色能力,热分解温度均在180°C以上,不仅明显高于对比例1、4,而且与对比例5市售石油级氯化石蜡性能相当或略高。热分解温度的提高有利于提高煤制油氯化石蜡在高温加工过程中的耐温能力,抑制其在高温条件下颜色变深,从而也保证下游PVC制品的色泽。

[0067] 对比例2由于不加环氧大豆油、对比例3由于环氧大豆油没有提前加入,而是与热稳定剂同时加入,其热分解温度低于实施例1-9,高温放置60min时的色度值增加也较大,可见环氧大豆油及其放置顺序对煤制油氯化石蜡的热稳定也存在较大的影响。

[0068] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。另外,各个实施例之间的技术方案可以相互结合,但是必须是以本领域普通技术人员能够实现为基础;当技术方案的结合出现相互矛盾或无法实现时应当认为这种技术方案的结合不存在,也不在本发明要求的保护范围之内。