



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102816400 A

(43) 申请公布日 2012. 12. 12

(21) 申请号 201210299571. 0

B29C 47/92 (2006. 01)

(22) 申请日 2012. 08. 21

(71) 申请人 上海氯碱化工股份有限公司

地址 200241 上海市闵行区龙吴路 4747 号

(72) 发明人 郭晓燕 王健 郑皓

(74) 专利代理机构 上海金盛协力知识产权代理

有限公司 31242

代理人 罗大忱

(51) Int. Cl.

C08L 27/24 (2006. 01)

C08L 51/00 (2006. 01)

C08L 33/10 (2006. 01)

C08K 3/26 (2006. 01)

C08J 9/10 (2006. 01)

B29C 47/00 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法,包括如下步骤:将氯化聚氯乙烯树脂、有机锡稳定剂、复合发泡剂 4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺、以及除了抗冲改性剂外的其他助剂加热至 80-90℃,加入抗冲改性剂,加热至 100-120℃后,冷却至 25~45℃,出料造粒,然后送入挤出机中,挤出成型,获得氯化聚氯乙烯发泡板材;所述复合发泡剂为 4,4'-二-磺酰肼二苯醚和偶氮二甲酰胺的复配物,重量比为 3~1:1。本发明制得的 CPVC 发泡板材,膨胀率为 300%,获得的板材制品,具有优越的机械力学性能。

1. 氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:将氯化聚氯乙烯树脂、有机锡稳定剂、复合发泡剂4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺、以及除了抗冲改性剂外的其他助剂加热至80-90℃,加入抗冲改性剂,加热至100-120℃后,冷却至25~45℃,出料造粒,然后送入挤出机中,挤出成型,获得氯化聚氯乙烯发泡板材;

所述复合发泡剂为4,4'-二-磺酰肼二苯醚和偶氮二甲酰胺的复配物,重量比为3~1:1。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的重量比为3:1。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,各个组分的重量份数如下:

氯化聚氯乙烯树脂	100份
有机锡稳定剂	1~5份
4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的复配物	1-20份
抗冲改性剂	5~10份
其他助剂	2~10份。

4. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的复配物为0.2-2份。

5. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,所述抗冲击改性剂为甲基丙烯酸甲酯/丁二烯/苯乙烯共聚物;所述其他助剂为成核剂、润滑剂或聚甲基丙烯酸酯中的一种以上。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,各个组分的重量份数如下:各个组分的重量份数如下:

氯化聚氯乙烯树脂	100份
有机锡稳定剂	2-10份
发泡成核剂	3-8份
聚甲基丙烯酸酯	0.5-2份
聚乙烯蜡	0.2-5份
石蜡	0.2-5份
抗冲击改性剂 B522	1-6份。

氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法,具体涉及发泡剂。

背景技术

[0002] 氯化聚氯乙烯(CPVC)发泡板材具有以下特点:1. 隔音、吸音、隔热、保温;2. 阻燃,能自熄不虞火灾,可以安全使用;3. 防潮、防霉、不吸水而且防震效果好;4. 质地轻,储运、施工方便;5. 可像木材一样进行钻、锯、钉、刨、粘等加工;6. 可根据一般焊接程序焊接,亦可与其它PVC/CPVC材料粘接;7. PVC发泡板其表面光滑,亦印刷。因此广泛应用于客车、火车车厢顶棚、内部装潢用板、建筑物外墙板、内装饰用板,商用装饰架、吊顶板、网板印刷、电脑刻字、广告标示、展板、化工防腐工程、热成型件、冷库用板、特殊保冷工程、环保用板模、运动器材、养殖用材、海滨防潮设施、耐水材料、美工材料及各种轻便隔板代替玻璃天棚等。

[0003] 虽然CPVC发泡板材性能优越,但不同于PVC产品,加工CPVC发泡制品时常遇到稳定性问题、润滑问题、熔体强度问题和发泡剂的分散问题。熔体强度不足会导致发泡板泡孔大,纵切面泡很长。泡孔分散不均匀也会直接导致发泡板材表面不均匀,性能不均一,易断裂。

发明内容

[0004] 本发明需要解决的技术问题是公开一种改善氯化聚氯乙烯发泡板材的制备方法,以克服现有技术存在的缺陷。

[0005] 本发明的方法,包括如下步骤:

[0006] 将氯化聚氯乙烯树脂、有机锡稳定剂、复合发泡剂4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺、以及除了抗冲改性剂外的其他助剂加热至80-90℃,加入抗冲改性剂,加热至100-120℃后,冷却至25~45℃,出料造粒,然后送入挤出机中,挤出成型,获得氯化聚氯乙烯发泡板材;

[0007] 所述复合发泡剂为4,4'-二-磺酰肼二苯醚和偶氮二甲酰胺的复配物,4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的重量比为3~1:1,优选3:1;

[0008] 设定油温为120℃,挤出机筒一175℃,机筒二180℃,机筒三170℃,机筒四160℃,合流芯163℃,模头一163℃,模头二167℃,模头三173℃,模头四177,模头五170℃。

[0009] 各个组分的重量份数如下:

[0010]

氯化聚氯乙烯树脂	100 份
有机锡稳定剂	1~5 份
4, 4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的复配物	1-20 份, 优选为 0.2-2 份
抗冲改性剂	5~10 份
其他助剂	2~10 份

[0011] 所述有机锡稳定剂的化学名称为硫醇甲基锡,可采用厦门市缔泉化工有限公司牌号为 181 的产品;

[0012] 所述的 4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚是一种白色无臭细微晶体,可采用市售产品,如北京信诺伟业化工科技有限公司的 OBSH,4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚分解温度为 140-160℃,发气量 $\geq 125\text{ml/g}$ (STP),平均粒径 $300\ \mu\text{m}$;

[0013] 所述的偶氮二甲酰胺是一种淡黄色粉末,可采用市售产品,如泉州海泰化工有限公司的 ADC,偶氮二甲酰胺分解温度 165℃,发气量 175ML/g。

[0014] 所述抗冲击改性剂的化学名称为甲基丙烯酸甲酯 / 丁二烯 / 苯乙烯共聚物,可采用日本钟渊公司牌号为 B522 的产品;

[0015] 所述其他助剂为成核剂、润滑剂、聚甲基丙烯酸酯;

[0016] 所述成核剂如重质碳酸钙,优选的为粒径为 1200 目的重质碳酸钙;

[0017] 所述润滑剂可选自富阳市精诚化工有限公司牌号为 70 的石蜡、扬州橡塑化工材料厂的聚乙烯蜡;

[0018] 所述聚甲基丙烯酸酯可选苏州安利公司牌号为 ACR801 的产品;

[0019] 优选的,各个组分的重量份数如下:

[0020]

氯化聚氯乙烯树脂	100 份
有机锡稳定剂	2-10 份
发泡成核剂	3-8 份
聚甲基丙烯酸酯	0.5-2 份
聚乙烯蜡	0.2-5 份
石蜡	0.2-5 份
抗冲击改性剂 B522	1-6 份

[0021] 本发明以 4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的复配物作为发泡剂,制得的 CPVC 发泡板材,膨胀率为 300%,泡孔精细且均匀;改善了 CPVC 发泡板材的拉伸强度,缺口冲击等性能,获得的板材制品,板面平整、无裂纹、无气泡、无明显杂质及水波纹,并具有极好的耐热性和耐火性。拉伸强度大于 20.0MPa,弯曲强度大于 48.0MPa,缺口冲击强度大

于 5.0kJ/m^2 , 维卡软化点大于 85°C , 硬度 (球痕式) 大于 6kg/cm^2 , 热导率小于 $-0.093\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$, 密度 $600\sim 900\text{kg/m}^3$ 。

具体实施方式

[0022] 加工性能测试方法：

[0023] (1)流变测试：流变仪(Thermo Hakke PolyLab System)的混合温度设定为 185°C , 转子转速为 30 转 / 分钟, 称取 68 克的混合料加入混合器中启动流变仪, 至扭矩恒定 5 分钟后结束, 读取塑化时间和平衡温度。

[0024] (2) 将上述混料经硫化机压制发泡板, 按测试标准制样, 维卡软化点按 ASTM D1525-00 标准测试, 缺口冲击强度按 GB/T1043-93 标准测试。

[0025] 以下通过实施例和比较例来加以进一步的描述, 但是本发明并没有局限于这些实施例。

[0026] 实施例及比较例的制备方法如下：

[0027] 将氯化聚氯乙烯树脂、有机锡稳定剂、4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺按一定比例进行添加、其他发泡剂以及除了抗冲改性剂外的其它助剂, 在混合机中进行混合, 升温至 90°C , 加入抗冲改性剂混至 120°C 后, 放入冷却混合机中进行冷却, 冷却至 45°C 以下, 出料造粒, 然后送入挤出机中, 挤出成型, 获得氯化聚氯乙烯发泡板材, 设定油温为 120°C , 挤出机筒一 175°C , 机筒二 180°C , 机筒三 170°C , 机筒四 160°C , 合流芯 163°C , 模头一 163°C , 模头二 167°C , 模头三 173°C , 模头四 177°C , 模头五 170°C 。

[0028] 实施例中, 如无特别说明, 组分均为重量份。

[0029] 表 1

[0030]

	对比例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 2	对比例 3
CPVC (JC-701 含氯量 67%wt) 上海氯碱化工股份有限公司	100	100	100	100	100
有机锡稳定剂 181	3	3	3	3	3
4, 4'-二-磺酰肼二苯醚	2	1.5	1	0.5	0
偶氮二甲酰胺	0	0.5	1	1.5	2
重质碳酸钙(粒径为 1200 目)	2	2	2	2	2
聚甲基丙烯酸酯	2	2	2	2	2
石蜡	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

[0031]

聚乙烯蜡	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
TiO ₂	2	2	2	2	2
MBS 抗冲改性剂	6	6	6	6	6
平衡温度 (°C)	183	185	188	184	180
维卡软化点 (°C)	85	85	84	82	79
缺口冲击强度 (KJ/m ²)	5.1	5.1	4.9	4.8	5.0
表观密度	0.52	0.50	0.53	0.55	0.57
膨胀率 (倍数)	2.88	3.00	2.83	2.72	2.63
表面光泽	光滑	光滑	有沟痕	有沟痕	泛黄
泡孔分散度	均匀	均匀	不均匀	不均匀	不均匀
拉伸强度/MPa	20	20	13	18	17
弯曲强度/MPa	42	48	40	41	45

[0032] 表 2

[0033]

	实施例 6	对比例 4	对比例 5	对比例 6
CPVC (JC-701 含氯量 67%wt) 上海氯碱化工股份有限公司	100	100	100	100
有机锡稳定剂 181	3	3	3	3
4, 4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮 二甲酰胺的复配物	2			
偶氮二甲酸二异丙酯		2		
对甲苯磺酰氨基脲			2	
对甲苯磺酰肼				2

[0034]

重质碳酸钙（粒径为 1200 目）	2	2	2	2
聚甲基丙烯酸酯	2	2	2	2
石蜡	0.5	0.5	0.5	0.5
聚乙烯蜡	0.8	0.8	0.8	0.8
TiO ₂	2	2	2	2
MBS 抗冲改性剂	6	6	6	6
平衡温度（℃）	185	185	183	182
维卡软化点（℃）	85	85	75	78
缺口冲击强度（KJ/m ² ）	5.1	5.1	5.8	5.3
表观密度	0.50	0.50	0.53	0.56
膨胀率（倍数）	3.00	2.70	2.83	2.67
表面光泽	光滑	光滑	有沟痕	泛黄
泡孔分散度	均匀	均匀	不均匀	均匀
拉伸强度/MPa	20	20	13	13
弯曲强度/MPa	48	45	40	42

[0035] 表 2 中, 4,4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的重量比为 3 : 1。

[0036] 表 3

[0037]

	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 9
CPVC（JC701 含氯量 67%wt）	100	100	100	100
上海氯碱化工股份有限公司				
有机锡稳定剂 181	3	3	3	3
4, 4'-二-磺酰肼二苯醚与偶氮	1	2	3	4

[0038]

二甲酰胺的复配物				
重质碳酸钙（粒径为 1200 目）	2	2	2	2
聚甲基丙烯酸酯	2	2	2	2
石蜡	0.5	0.5	0.5	0.5
聚乙烯蜡	0.8	0.8	0.8	0.8
TiO ₂	2	2	2	2
MBS 抗冲改性剂	6	6	6	6
平衡温度（℃）	182	185	188	189
维卡软化点（℃）	88	85	82	81
缺口冲击强度（KJ/m ² ）	5.2	5.1	5.2	5.1
表观密度	0.55	0.50	0.45	0.48
膨胀率（倍数）	2.72	3.00	3.33	3.13
表面光泽	光滑	光滑	光滑	光滑
泡孔分散度	均匀	均匀	均匀	均匀
拉伸强度/MPa	20	20	18	18
弯曲强度/MPa	46	48	47	48

[0039] 表 3 中, 4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的重量比为 3 : 1 ;

[0040] 从表 1 中可以看出, 当 4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的配比为 3:1 时, 发泡体系的物理性能和表观密度等性能较好。

[0041] 从表 2 中可以看出, 由实施例和对比例的数据可见, 无论其物理性能还是表面光泽及泡孔分布都有了很大改善。

[0042] 从表 3 中可以看出, 随着 4,4' - 二 - 磺酰肼二苯醚与偶氮二甲酰胺的复配物的加入, CPVC 发泡板材的表观密度减小, 膨胀率增加, 且各项物理性能有效保持。