



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104893136 A

(43) 申请公布日 2015. 09. 09

(21) 申请号 201410075276. 6

C08K 3/26(2006. 01)

(22) 申请日 2014. 03. 03

(71) 申请人 南通艾德旺化工有限公司

地址 226000 江苏省南通市启东市北新镇沿江精细化工园区

(72) 发明人 杨学强 黄海娟 张建根 俞永峰
刘诚

(74) 专利代理机构 北京联瑞联丰知识产权代理
事务所(普通合伙) 11411

代理人 曾少丽

(51) Int. Cl.

C08L 27/06(2006. 01)

C08K 3/22(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,包括以下步骤:(1)将镁盐和铝盐按照摩尔比 $Mg^{2+}:Al^{3+}=1.8\sim 2.5:1$ 配制成金属盐溶液;(2)在步骤(1)的基础上,控制 $n(OH^-):[n(Mg^{2+})+n(Al^{3+})]=1.9\sim 2.1:1$, $n(CO_3^{2-}):n(Al^{3+})=1.0\sim 1.2:1$,按照这样的比例控制液碱和碳酸钠的量来配制可溶性碱溶液;(3)在反应釜内加入水、表面活性剂和金属皂类,升温到 $50\sim 60^\circ C$,搅拌 0.5h,然后同时滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 pH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h;(4)将搅拌后的混合液在 $135\sim 170^\circ C$ 的温度下晶化 4~8h,经洗涤、干燥即可。本发明工艺简单、改性均匀、合成时间短、产品热稳定性能好、产品粒径分布比较细。

1. 一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 金属盐溶液的制备:将镁盐和铝盐按照摩尔比 $Mg^{2+}:Al^{3+}=1.8 \sim 2.5:1$ 配制成金属盐溶液;

(2) 可溶性碱溶液的制备:在步骤(1)的基础上,控制 $n(OH^-):(n(Mg^{2+})+n(Al^{3+}))=1.9 \sim 2.1:1$, $n(CO_3^{2-}):n(Al^{3+})=1.0 \sim 1.2:1$,按照这样的比例控制液碱和碳酸钠的量来配制可溶性碱溶液;

(3) 金属盐溶液和可溶性碱溶液的滴加:在反应釜内加入水、表面活性剂和金属皂类,升温到 $50 \sim 60^\circ C$,搅拌 0.5h,然后同时滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 PH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h;

(4) 晶化、洗涤、干燥:将搅拌后的混合液在 $135 \sim 170^\circ C$ 的温度下晶化 4 ~ 8h,经洗涤、干燥得到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。

2. 根据权利要求 1 所述的一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,其特征在于,所述的步骤(1)中镁盐是 $MgCl_2$ 、 $Mg(NO_3)_2$ 、 $MgSO_4$ 中的一种或几种;铝盐是 $Al(NO_3)_3$ 、 $Al_2(SO_4)_3$ 中的一种或几种。

3. 根据权利要求 1 所述的一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,其特征在于,所述的步骤(3)中表面活性剂是硬脂酸钠、十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、十二烷基磺酸钠中的一种或几种;金属皂类是硬脂酸锌、硬脂酸钙、油酸锌、油酸钙、苯甲酸锌中的一种或几种。

4. 根据权利要求 1 所述的一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,液碱的质量分数为 30%。

5. 根据权利要求 1 所述的一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,其特征在于,所述步骤(3)中,加入表面活性剂和金属皂类的量均为欲制得成品改性复合镁铝水滑石热稳定剂量的 1% ~ 5% (质量分数)。

一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于精细化工技术领域,具体涉及一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法。

背景技术

[0002] 热稳定剂是PVC制品中的最重要助剂之一。随着PVC行业的迅速发展,PVC热稳定剂已发展成为重要的助剂产业。2010年我国PVC热稳定剂的消费量约35万吨,预计到2015年的需求量将达到50万吨。近年来,我国在PVC热稳定剂开发和生产上取得了一定的成绩,但在品种结构与产品性能上与发达国家仍有较大差距,高毒、高污染的铅盐类热稳定剂仍占据着我国热稳定剂市场的主导地位。随着人们环保意识的增强,无毒环保、廉价高效的新型热稳定剂成为发展趋势,铅盐等有毒热稳定剂必将退出历史舞台。

[0003] 镁铝水滑石类化合物特殊的层状结构和化学组成使其有望替代传统热稳定剂,成为无毒、廉价、高效的PVC热稳定剂新品种。其特殊结构和化学组成使其成为高效的PVC热稳定剂,具有广阔的应用前景。经表面改性复合镁铝水滑石热稳定剂与塑料的相容性良好;自身具有润滑性,可防止PVC薄膜与模具之间的粘连,物料加工性好;镁铝水滑石类本身无毒无臭,其分解产物对环境无污染,可作为食品包装用PVC的热稳定剂;能与其它热稳定剂发生协同作用,进一步提高PVC的热稳定性。

[0004] 传统的生产改性复合镁铝水滑石热稳定剂一般采用先合成镁铝水滑石,然后采用干法或湿法改性生产改性复合水滑石。工序比较复杂,产能受限,而且由于水滑石本身颗粒细度比较细,容易造成改性不均匀。影响产品在PVC加工过程中的应用。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是克服现有的缺陷,提供一种工艺简单、合成时间短、产品热稳定性能好、产品粒径分布比较细的改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明提供了如下的技术方案:

[0007] 本发明一种改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,包括以下步骤:

[0008] (1)金属盐溶液的制备:将镁盐和铝盐按照摩尔比 $Mg^{2+}:Al^{3+}=1.8\sim 2.5:1$ 配制成金属盐溶液;

[0009] (2)可溶性碱溶液的制备:在步骤(1)的基础上,控制 $n(OH^-):(n(Mg^{2+})+n(Al^{3+}))=1.9\sim 2.1:1$, $n(CO_3^{2-}):n(Al^{3+})=1.0\sim 1.2:1$,按照这样的比例控制液碱和碳酸钠的量来配制可溶性碱溶液;

[0010] (3)金属盐溶液和可溶性碱溶液的滴加:在反应釜内加入水、表面活性剂和金属皂类,升温到 $50\sim 60^{\circ}C$,搅拌0.5h,然后同时滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制PH值在9.5左右,滴定完毕继续搅拌0.5h;

[0011] (4)晶化、洗涤、干燥:将搅拌后的混合液在 $135\sim 170^{\circ}C$ 的温度下晶化4~8h,经洗涤、干燥得到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。

[0012] 进一步地,所述的步骤(1)中镁盐是 $MgCl_2$ 、 $Mg(NO_3)_2$ 、 $MgSO_4$ 中的一种或几种;铝盐是 $Al(NO_3)_3$ 、 $Al_2(SO_4)_3$ 中的一种或几种。

[0013] 进一步地,所述的步骤(3)中表面活性剂是硬脂酸钠、十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、十二烷基磺酸钠中的一种或几种;金属皂类是硬脂酸锌、硬脂酸钙、油酸锌、油酸钙、苯甲酸锌中的一种或几种。

[0014] 进一步地,所述步骤(2)中,液碱的质量分数为 30%。

[0015] 进一步地,所述步骤(3)中,加入表面活性剂和金属皂类的量均为欲制得成品改性复合镁铝水滑石热稳定剂量的 1% ~ 5% (质量分数)。

[0016] 本发明所达到的有益效果是:

[0017] 本发明提供的改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,工艺简单、改性均匀、合成时间短、产品热稳定性能好、产品粒径分布比较细。

具体实施方式

[0018] 以下对本发明的优选实施例进行说明,应当理解,此处所描述的优选实施例仅用于说明和解释本发明,并不用于限定本发明。

[0019] 实施例 1

[0020] 在搪瓷反应釜内加入水 1500KG,硫酸铝 325KG、氯化镁 435KG,搅拌均匀后形成金属盐溶液备用。同时在搪瓷反应釜内加入所需水 800KG,纯碱 108KG,质量分数为 30% 的液碱 820KG,搅拌均匀后形成可溶性碱溶液备用。在高压反应釜加入 200KG 水、6KG 硬脂酸钠和 8KG 的油酸锌,升温到 50℃,搅拌 0.5h,然后同时滴加上述配好的滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 PH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h,升温至 135℃,保温反应 8 小时,洗涤干燥得到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。通过 BT-9300Z 型激光粒度分布仪分析测得所制得改性复合镁铝水滑石热稳定剂的中值粒径 D50 为 0.640 μm 。

[0021] 实例 2

[0022] 在搪瓷反应釜内加入水 1000KG,硫酸铝 250KG、硫酸镁 370KG,搅拌均匀后形成金属盐溶液备用。同时在搪瓷反应釜内加入所需水 700KG,纯碱 87.5KG,质量分数为 30% 的液碱 615KG,搅拌均匀后形成可溶性碱溶液备用。在高压反应釜加入 200KG 水、2.5KG 十二烷基硫酸钠和 6KG 的硬脂酸锌,升温到 60℃,搅拌 0.5h,然后同时滴加上述配好的滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 PH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h,升温至 160℃,保温反应 6 小时,洗涤干燥得到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。通过 BT-9300Z 型激光粒度分布仪分析测得所制得改性复合镁铝水滑石热稳定剂的中值粒径 D50 为 1.201 μm 。

[0023] 实例 3

[0024] 在搪瓷反应釜内加入水 1500KG,硫酸铝 325KG ($Al_2O_3\% \geq 16.00$)、硫酸镁 485KG ($MgCl_2\% \geq 45.00$),搅拌均匀后形成金属盐溶液备用。同时在搪瓷反应釜内加入所需水 900KG,100KG 纯碱,880KG 质量分数为 30% 的液碱,搅拌均匀后形成可溶性碱溶液备用。在高压反应釜加入 300KG 水、3KG 十二烷基苯磺酸钠和 7.5KG 的硬脂酸钙,升温到 55℃,搅拌 0.5h,然后同时滴加上述配好的滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 PH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h,升温至 170℃,保温反应 5 小时,洗涤干燥得

到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。通过 BT-9300Z 型激光粒度分布仪分析测得所制得改性复合镁铝水滑石热稳定剂的中值粒径 D50 为 0.845 μm

[0025] 实例 4

[0026] 在搪瓷反应釜加水 1200KG,硫酸铝 325KG、氯化镁 405KG,搅拌均匀后形成金属盐溶液备用。同时在搪瓷反应釜内加入所需水 1000KG,纯碱 85KG,质量分数为 30% 的液碱 750KG,搅拌均匀后形成可溶性碱溶液备用。在高压反应釜内加入 300KG 水、2.3KG 硬脂酸钠和 4.5KG 的硬脂酸锌和 2KG 硬脂酸钙,升温到 60 $^{\circ}\text{C}$,搅拌 0.5h,然后同时滴加上述配好的滴加计量好的金属盐溶液和可溶性碱溶液,滴加过程中控制 PH 值在 9.5 左右,滴定完毕继续搅拌 0.5h,升温至 170 $^{\circ}\text{C}$,保温反应 4 小时,洗涤干燥得到改性复合镁铝水滑石热稳定剂。通过 BT-9300Z 型激光粒度分布仪分析测得所制得改性复合镁铝水滑石热稳定剂的中值粒径 D50 为 1.015 μm 。

[0027] 本发明提供的改性复合镁铝水滑石热稳定剂的制备方法,工艺简单、改性均匀、合成时间短、产品热稳定性能好、产品粒径分布比较细。

[0028] 最后应说明的是:以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换。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。