



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110982234 B

(45) 授权公告日 2022.01.07

(21) 申请号 201911165115.5

(22) 申请日 2019.11.25

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110982234 A

(43) 申请公布日 2020.04.10

(66) 本国优先权数据
201911073712.5 2019.11.06 CN

(73) 专利权人 濮阳市盛通聚源新材料有限公司
地址 457512 河南省濮阳市范县产业集聚
区濮王产业园

(72) 发明人 王息辰 马晓宁 殷鹏刚 张宏磊

(74) 专利代理机构 北京翔石知识产权代理事务
所(普通合伙) 11816
代理人 李勇

(51) Int.Cl.

C08L 69/00 (2006.01)

C08K 9/10 (2006.01)

C08K 9/06 (2006.01)

C08K 9/04 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108117735 A, 2018.06.05

CN 104650569 A, 2015.05.27

CN 102532857 A, 2012.07.04

CN 103665960 A, 2014.03.26

CN 106893145 A, 2017.06.27

WO 2005063484 A1, 2005.07.14

安崇伟等. 纳米氧化锌的制备和表面改性技术进展.《应用化工》.2005,第34卷(第3期),

审查员 吴莹莹

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及聚碳酸酯改性领域,具体涉及一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法。具体的制备方法为:首先对纳米氧化锌进行表面改性,制备得到改性的纳米氧化锌粉末;再将改性的纳米ZnO粉末按比例添加到聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌,得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过开炼机、密炼机或螺杆混炼机混炼制备成型。本发明制得的高端光扩散聚碳酸酯具有光线均匀、优异的光扩散度和透光率,以及良好的机械性能。

1. 一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:
所述的制备方法包括以下步骤:
 - a. 将处方量的硬脂酸溶于有机溶剂中,制备得进料液1;
 - b. 将处方量的硅烷偶联剂溶于有机溶剂中,制备得进料液2;
 - c. 取处方量纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量大小,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;
 - d. 先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后通入流化床反应器,喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后通入流化床反应器进行喷洒;
 - e. 将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;
 - f. 取聚碳酸酯加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过开炼机、密炼机或螺杆混炼机混炼制备成型;其中,所述硅烷偶联剂与纳米ZnO的质量比为(0.6~0.8):1,所述硬脂酸与纳米ZnO的质量比为(0.6~0.8):1,所述纳米ZnO与聚碳酸酯的质量比为1:(8~10)。
2. 根据权利要求1所述的一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:所述的步骤b中的硅烷偶联剂为K550、K570、K560。
3. 根据权利要求1所述的一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:所述的a或者b步骤中的溶剂为正丁醇、乙醇、甲苯任意一种。
4. 根据权利要求1所述的一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:c步骤中气体流量大小为3.5-4.5L/min。
5. 根据权利要求1所述的一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:d步骤中进料液2的通入速度为1.6g~2g/min,进料液1的通入速度为3g~4g/min。
6. 根据权利要求1所述的一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,其特征在于:所述高速电动搅拌时间为1-3h。

一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及聚碳酸酯改性领域,具体涉及一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法。

背景技术

[0002] 在当前全球能源短缺的忧虑再度升高的背景下,节约能源是我们未来面临的问题,在照明领域,LED发光产品的应用吸引着世人的目光,LED作为一种新型的绿色光源产品,必然是未来发展的趋势。当LED新型点光源在照明灯具行业广泛应用的同时,为减弱LED光源单点强度对视觉的不舒适性刺激,灯具行业出现了扩散板在照明产品中的大量应用。光扩散材料在照明行业,尤其是LED照明领域得到广泛应用。

[0003] 光扩散材料不仅要从光线透光率进行评价还需要通过对雾度进行评价。聚碳酸酯作为一种光扩散常用材料具有良好的透光率、优异的力学性能。但是作为LED材料,对聚碳酸酯的透光率和雾度提出更高的要求,因此需要对聚碳酸酯的光散射改性,使其发生光散射。

[0004] 中国专利CN104650569A公开了一种聚碳酸酯纳米氧化锌复合材料,由聚碳酸酯和分散于其中的纳米氧化锌组成,其中纳米氧化锌占复合材料的总质量分数为0.5%-10%。该复合材料的制备方法为将所述配比的聚碳酸酯和纳米氧化锌通过熔融共混、挤出共混或者通过各种开炼机、密炼机和螺杆混炼机混炼制备,或通过原位聚合方法制备。上述专利申请通过硅烷偶联剂进行改性,有效地改善了聚碳酸酯复合材料的透光性和折射率。但是有机改性剂与氧化锌粉末结合力较差,容易脱离,分散性能差,且改性工艺复杂、条件苛刻。

[0005] 有鉴于此,特提出本发明。

发明内容

[0006] 针对现有技术中的缺陷,本发明旨在克服现有技术中的不足、提供一种高端光散射聚碳酸酯的制备方法。

[0007] 本发明上述目的通过如下技术方案予以实现:

[0008] 一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,所述的制备方法包括以下步骤:

[0009] 首先对纳米氧化锌进行表面改性,制备得到改性的纳米氧化锌粉末;再将改性的纳米ZnO粉末按比例添加到聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌,得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过开炼机、密炼机或螺杆混炼机混炼制备成型。

[0010] 具体的,一种高端光扩散聚碳酸酯的制备方法,所述的制备方法包括以下步骤:

[0011] a. 将处方量的硬脂酸溶于有机溶剂中,制备得进料液1;

[0012] b. 将处方量的硅烷偶联剂溶于有机溶剂中,制备得进料液2;

[0013] c. 取处方量纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量大小,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;

[0014] d. 先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后通入流化床反应器,

喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后通入流化床反应器进行喷洒;

[0015] e.将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;

[0016] f.取聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过开炼机、密炼机或螺杆混炼机混炼制备成型。

[0017] 氧化锌表面是亲水疏油的,呈现极性,在有机聚合物中难于均匀分散,同时具有较大比表面积和较高的表面能,使得他们很容易团聚,不易在有机介质中分散,影响纳米氧化锌的实际功效。本发明提供的改性氧化锌,硬脂酸有大量羧基,氧化锌表面具有亲水性,从而实现硬脂酸在氧化锌表面的包覆,但是在包覆较多的硬脂酸时,这种结合力相对来说不牢固,本发明的发明人通过大量实验发现,在氧化锌的表面进行处理可以增强其与硬脂酸的结合力,使得制备的改性氧化锌能够很好分散在聚合物中,不影响聚合物的机械性能。

[0018] 优选的,所述的步骤b中的硅烷偶联剂为K550、K570、K560。

[0019] 优选的,所述的a或者b步骤中的溶剂为正丁醇、乙醇、甲苯任意一种。

[0020] 优选的,所述硅烷偶联剂与纳米ZnO的质量比为(0.6~0.8):1。

[0021] 优选的,所述硬脂酸与纳米ZnO的质量比为(0.6~0.8):1。

[0022] 优选的,所述纳米ZnO与聚碳酸酯的质量比为1:(8~10)。

[0023] 进一步,c步骤中气体流量大小为3.5-4.5L/min。

[0024] 进一步,d步骤中进料液2的通入速度为1.6g~2g/min,进料液1的通入速度为3g~4g/min。

[0025] 进一步,所述高速电动搅拌时间为1-3h。

[0026] 本发明的有益效果在于,本发明将纳米氧化锌分散到聚碳酸酯中制成聚碳酸酯复合材料。氧化锌具有较高的折射率和较好的透明性,并且其加工性能很好。

[0027] 通过在纳米氧化锌粉末的表面进行修饰,可以帮助氧化锌纳米粉末在有机物中的分散。本发明进一步对氧化锌表面进行改性,使得有机膜层与氧化锌粉末的结合力很高,制备得到的改性氧化锌在聚碳酸酯中分散性很好,不影响聚碳酸酯的机械性能。

[0028] 氧化锌纳米粉末于高分子材料的共混,获得具有良好透明性的光学树脂材料。由于氧化锌纳米粉末与高分子材料相比具有较高的硬度,因此制得的高分子纳米氧化锌复合材料会具有较高的硬度,能够改变高分子材料的摩擦性能。

具体实施方式

[0029] 下面将对本发明技术方案的实施例进行详细的描述。以下实施例仅用于更加清楚的说明本发明的技术方案,因此只作为实例,而不能以此来限制本发明的保护范围。

[0030] 下述实施例中的实验方法,如无特殊说明,均为常规方法。

[0031] 下述实施例中所用的试验材料,如无特殊说明,均为自常规试剂商店购买得到的。

[0032] 下面结合具体实施方式进行说明:

[0033] 实施例一

[0034] a.将6份的硬脂酸溶于175ml正丁醇中,制备得进料液1;

[0035] b.将6份硅烷偶联剂K550溶于200ml正丁醇中,制备得进料液2;

[0036] c.取10份纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量3.5L/min,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;

[0037] d.先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后以2g/min的速度通入流化床反应器,喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后以3g/min通入流化床反应器进行喷洒;

[0038] e.将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;

[0039] f.取80份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌1h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过螺杆混炼机混炼制备成型。

[0040] 实施例二

[0041] a.将8份的硬脂酸溶于175ml乙醇中,制备得进料液1;

[0042] b.将8份硅烷偶联剂K570溶于200ml乙醇中,制备得进料液2;

[0043] c.取10份纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量4L/min,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;

[0044] d.先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后以1.6g/min的速度通入流化床反应器,喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后以3.5g/min通入流化床反应器进行喷洒;

[0045] e.将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;

[0046] f.取100份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌2h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过开炼机制备成型。

[0047] 实施例三

[0048] a.将7份的硬脂酸溶于175ml正丁醇中,制备得进料液1;

[0049] b.将7份硅烷偶联剂K560溶于200ml正丁醇中,制备得进料液2;

[0050] c.取10份纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量4.5L/min,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;

[0051] d.先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后以1.8g/min的速度通入流化床反应器,喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后以4g/min通入流化床反应器进行喷洒;

[0052] e.将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;

[0053] f.取90份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌3h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过螺杆混炼机混炼制备成型。

[0054] 实施例四

[0055] a.将7份的硬脂酸溶于175ml甲苯中,制备得进料液1;

[0056] b.将6份硅烷偶联剂K550溶于200ml甲苯中,制备得进料液2;

[0057] c.取10份纳米氧化锌粉末置于流化床反应器腔体内,开启真空泵,将流化床反应器抽真空,从气体注入口通入氮气,通过压力表控制通入量,调节气体流量4.5L/min,使纳米氧化锌粉末处于悬浮状态;

[0058] d.先开启进样泵2,将进料液2吸入液体汽化器,汽化处理之后以1.8g/min的速度通入流化床反应器,喷洒一段时间后,开启进样泵1,将进料液1吸入液体汽化器,汽化处理之后以3.5g/min通入流化床反应器进行喷洒;

[0059] e.将步骤d得到的物质转入烘干装置,进行烘干处理,得到改性的纳米ZnO粉末;

[0060] f.取95份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将步骤e中所得的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌2h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过密炼机制备成型。

[0061] 对比例一

[0062] 取90份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将10份未改性的纳米ZnO粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌2h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过螺杆混炼机混炼制备成型。

[0063] 对比例二

[0064] 取10份纳米氧化锌粉溶于375ml的正丁醇中,搅拌分散,缓慢加入7份硅烷偶联剂,搅拌均匀,再加入7份硬脂酸,自然冷却至室温,过滤,真空干燥制备得到表面改性的纳米氧化锌粉末。

[0065] 取90份的聚碳酸酯,加热熔融,得到聚碳酸酯的熔体,将10份上述表面改性的纳米氧化锌粉末加入聚碳酸酯的熔体中,高速电动搅拌2h,即可得到高端光扩散的聚碳酸酯熔体,通过挤出共混、造粒,再通过密炼机制备成型。

[0066] 对比例三

[0067] 采用CN104650569A实施例3中的方法制备聚碳酸酯与表面改性剂改性的氧化锌复合材料。具体的,采用溶胶凝胶方法制备包裹有分散剂硅烷偶联剂的纳米氧化锌粉末,其中硅烷偶联剂占总重量的0.5%。将聚双烯丙基二甘醇二碳酸酯粒料与包裹有分散剂的纳米氧化锌粉末混合加入密炼机制备成型。

[0068] 实验例一

[0069] 1.透光率和雾度测定:按照GB/T2410-2008标准测定实施例1-4以及对比例1-3得到的产品。

[0070] 2.弯曲模量测定:按照GB/T9341-2008的标准测定实施例1-4以及对比例1-3得到的产品,速度为2mm/min,跨距64mm,样条尺寸:(80±2)mm×(10±0.2)mm×(4±0.2)mm。

[0071] 测试样品的性能如下表所示:

[0072] 表1 样品的性能测试结果

[0073]

样品	透光率(%)	雾度(%)	弯曲模量(GPa)
实施例一	88.7	0.10	3.01
实施例二	88.8	0.08	3.12
实施例三	89.5	0.09	3.10
实施例四	89.2	0.10	3.07
对比例一	89.0	0.13	2.74

对比例二	89.0	0.12	2.64
对比例三	86.8	0.11	2.68

[0074] 由上表的数据可知,本发明制备得到的光扩散聚碳酸酯,氧化锌纳米粉末与高分子材料的共混,获得具有良好透明性和雾度的光学树脂材料。由于氧化锌纳米粉末与高分子材料相比具有较高的硬度,因此制得的高分子纳米氧化锌复合材料具有较高的硬度,能够改变高分子材料的摩擦性能。是一种良好的光扩散材料,具有广泛的应用前景。

[0075] 当然,除了实施例中列举的情况,其他原料组分的配比、制备过程中的各条件和参数等也是可以的。

[0076] 在本发明的描述中,需要理解的是,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个该特征。在本发明的描述中,“多个”的含义是两个以上,除非另有明确具体的限定。

[0077] 在本说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不必针对的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。此外,在不相互矛盾的情况下,本领域的技术人员可以将本说明书中描述的不同实施例或示例以及不同实施例或示例的特征进行结合和组合。

[0078] 尽管上面已经示出和描述了本发明的实施例,可以理解的是,上述实施例是示例性的,不能理解为对本发明的限制,本领域的普通技术人员在本发明的范围内可以对上述实施例进行变化、修改、替换和变型。