



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105348863 A

(43) 申请公布日 2016. 02. 24

(21) 申请号 201510845238. 9

COBK 9/02(2006. 01)

(22) 申请日 2015. 11. 29

COBK 3/30(2006. 01)

(71) 申请人 贵州开磷集团股份有限公司

地址 550002 贵州省贵阳市观山湖区金阳北路 237 号开磷城

(72) 发明人 杨永彬 杨步雷 向前勇 王伟
李泽钢

(74) 专利代理机构 贵阳派腾阳光知识产权代理
事务所(普通合伙) 52110

代理人 管宝伟

(51) Int. Cl.

C09C 1/02(2006. 01)

C09C 3/06(2006. 01)

C09C 3/10(2006. 01)

C08L 27/06(2006. 01)

COBK 9/04(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及聚氯乙烯材料的生产填料领域,具体涉及一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,将磷石膏与水混合后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 2.5-3% 的碱质增钙液后,进行浸泡 1-1.5h 后,高温加热 15-30min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.0-7.6 后,微波加热 3-5min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。本发明方法步骤简单,易操作,设备要求低,能耗及时耗少,并且填料物理化学性能良好,改善了磷石膏的亲油性,使得磷石膏表面吸附大分子物质,进而缓冲了其与高分子间的极性差。

1. 一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,方法为:将磷石膏与水混合后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 2.5-3%的碱质增钙液后,进行浸泡 1-1.5h 后,高温加热 15-30min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.0-7.6 后,微波加热 3-5min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。

2. 如权利要求 1 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述磷石膏与水混合的质量比为 1:(1-2)。

3. 如权利要求 1 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述碱质增钙液的 pH 为 8-11。

4. 如权利要求 1 或 3 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述碱质增钙液是由工业废弃物与氢氧化钙按质量比为 1:(1-3) 混合而成。

5. 如权利要求 4 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述工业废弃物为电石渣、糖渣、造纸黑液之一或几种。

6. 如权利要求 1 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述高温为 150-200℃。

7. 如权利要求 1 或 6 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述高温为 150-180℃。

8. 如权利要求 1 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述微波加热的温度为 50-100℃。

9. 如权利要求 1 或 8 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述微波加热的温度为 78℃。

10. 如权利要求 1 所述的用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法,其特征在于,所述上层液体含有有机物膜、可溶性杂质。

一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及聚氯乙烯材料的生产填料领域,具体涉及一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法。

背景技术

[0002] 磷石膏是磷肥工业的固体废渣,目前,据相关统计数据显示,我国堆存的磷石膏总量已达到 2.5 亿吨以上,而且每年新增的磷石膏排放量也超过 5000 万吨,磷石膏的高速增长和大量堆积,不仅占用土地资源和造成环境压力,也增加了企业的经济负担,和我国的国民经济建设压力。因此,加快磷石膏的综合利用技术创新力度,实现变废为宝、变害为利,已成为我国经济建设一项重要的技术经济政策,也是可持续发展面临的迫切需要解决的问题。根据《国务院关于印发循环经济发展战略及近期行动计划的通知》(国发[2013]5号)的文件精神,磷石膏、粉煤灰等工业固体废弃物的综合利用列入了资源化重点工程建设之一,已成为中国发展循环经济,建设资源节约型、环境友好型社会的重要任务之一。

[0003] 目前,磷石膏的利用主要有以下几个方面:①作水泥缓凝剂;②制硫酸盐;③作石膏建材;④作土壤改良剂等,但其利用率仅为 2% -3%,资源化利用效率较低。由于磷石膏晶体形貌呈片状,应用于聚氯乙烯软质型材填料中有利于改善聚氯乙烯软质型材的耐热性、抗冲击强度、热导率和绝缘性等。

[0004] 在现有技术中,磷石膏具有典型的片状填料的特征,作为填料在塑料中的作用主要是增量降低成本,还可以用来提高符合体系的弹性模量、冲击强度和弯曲强度等,但是磷石膏作为一种新型的填料在塑料中的应用特别是在聚氯乙烯材料中的应用主要因含有多种杂质、未反应的硫酸及残余的磷酸和氢氟酸等无机酸,直接将其用作 PVC 填料,影响 PVC 与磷石膏交联界面的稳定性,从而对填充物的加工性能和制品的施用性能带来不良影响,并且直接将磷石膏用作聚氯乙烯材料的填料,其制品加工工艺复杂,成本高,反而增加了磷石膏的综合利用成本。

发明内容

[0005] 本发明为解决上述问题,提供一种低成本、易操作的以磷石膏为原料生产填料的方法。

[0006] 具体通过一下方案得以实现:

[0007] 一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法:将磷石膏与水混合后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 2.5-3% 的碱质增钙液后,进行浸泡 1-1.5h 后,高温加热 15-30min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.0-7.6 后,微波加热 3-5min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。

[0008] 所述磷石膏与水混合的质量比为 1:(1-2)。

[0009] 所述碱质增钙液的 pH 为 8-11。

[0010] 所述碱质增钙液是由工业废弃物与氢氧化钙按质量比为 1:(1-3) 混合而成。

[0011] 所述工业废弃物为电石渣、糖渣、造纸黑液之一或几种。

[0012] 所述高温为 150-200℃,进一步优选,150-180℃。

[0013] 所述微波加热的温度为 50-100℃,进一步优选,78℃。

[0014] 所述上层液体含有有机物膜、可溶性杂质。

[0015] 本发明的有益效果

[0016] 本发明通过化学方法处理磷石膏,将杂质含量降至较低程度,获取了高纯度磷石膏,再通过高温处理,脱去磷石膏中结晶水,配合羟丙基甲基纤维素对 pH 的调节,一方面缓解了磷石膏中无机酸的腐蚀性能,另一方面,以羟丙基甲基纤维素为配体,以磷石膏中残余离子为中心进行配合,同时配合微波反应的激发,使得填料表现出良好的光学性能,应用于 PVC 材料的生产中,具有增强、补强、调整物料流变性、改善 PVC 材料的化学性能,并且有利于 PVC 材料的光学性能。

[0017] 本发明方法步骤简单,易操作,设备要求低,能耗及时耗少,不仅实现了磷石膏环境效益和经济效益的统一,还使得填料物理化学性能良好,同时提高了磷石膏的亲油性,使得磷石膏表面吸附大分子物质,进而缓冲了其与高分子间的极性差,并且该填料与 PVC 树脂相接触使,其体系的流动性能良好,进而节省了 PVC 材料的加工原料用量,对于塑化时间和塑化温度有良好的降低效果。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体的实施方式来对本发明的技术方案做进一步的限定,但要求保护的范围不仅局限于所作的描述。

[0019] 实施例 1

[0020] 一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法:将 500g 磷石膏与 750g 水混合后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 2.7% 的碱质增钙液后,进行浸泡 1h 后,在温度为 180℃ 下加热 23min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.0 后,在温度为 50℃ 下微波加热 3min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。

[0021] 所述碱质增钙液的 pH 为 11。

[0022] 所述碱质增钙液是由糖渣与氢氧化钙按质量比为 1:3 混合而成。

[0023] 实施例 2

[0024] 一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法:将 500g 磷石膏与 500g 水混合后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 3% 的碱质增钙液后,进行浸泡 1.3h 后,在温度为 150℃ 下加热 30min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.3 后,在温度为 100℃ 下微波加热 5min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。

[0025] 所述碱质增钙液的 pH 为 10。

[0026] 所述碱质增钙液是由工业废弃物与氢氧化钙按质量比为 1:2 混合而成。

[0027] 所述工业废弃物按质量分数配比为 30% 电石渣、35% 糖渣、35% 造纸黑液组成。

[0028] 实施例 3

[0029] 一种用于生产 PVC 材料的磷石膏填料的制备方法:将 400g 磷石膏与 800g 水混合

后,得磷石膏浆液,加入占磷石膏质量 2.5%的碱质增钙液后,进行浸泡 1.5h 后,在温度为 200℃下加热 30min,再加入羟丙基甲基纤维素调节物料 pH 为 7.6 后,在温度为 78℃下微波加热 4min 后,送入分层滤池搅拌、静置后,去除上层液体,将下层物料进行烘干,获得磷石膏填料。

[0030] 所述碱质增钙液的 pH 为 8。

[0031] 所述碱质增钙液是由工业废弃物与氢氧化钙按质量比为 1:1 混合而成。

[0032] 所述工业废弃物按质量分数配比为 50%电石渣、50%造纸黑液组成。

[0033] 试验例 1

[0034] 将实施例 1-3 制备的磷石膏填料用于 PVC 型材的加工中,其添加量为 PVC 树脂的 10%,测试最小扭矩、最大扭矩、塑化时间及塑化温度,其结果如表 1 所示:

[0035] 表 1

[0036]

	最小扭矩 /N·m	最大扭矩 /N·m	塑化时间 /s	塑化温度 /℃
实施例 1	20.8	66.3	89	198.9
实施例 2	19.7	64.8	90	202.5
实施例 3	20.1	65.7	93	201.3