



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103772610 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 07

(21) 申请号 201210408482. 5

(22) 申请日 2012. 10. 24

(71) 申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街  
22 号

申请人 中国石油化工股份有限公司抚顺石  
油化工研究院

(72) 发明人 林振发 全辉 姚春雷 张志银  
赵威 孙国权

(51) Int. Cl.

C08F 240/00 (2006. 01)

C08F 8/04 (2006. 01)

C08F 6/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种 C5/C9 石油树脂的氧化脱色精制方法

(57) 摘要

本发明提供一种 C5 或 C9 石油树脂的氧化脱色精制方法,以 C5 或 C9 石油树脂为原料,以双氧水,过碳酸钠为氧化剂。步骤如下:(1)将石油树脂与双氧水按重量比 1 : 0.2 ~ 2 的比例混合,在 80 ~ 120℃下搅拌反应 0.5 ~ 2 小时;(2)在继续搅拌条件下加入过碳酸钠,所述过碳酸钠与石油树脂的重量比为 0.2 ~ 1 : 1,在 80 ~ 120℃下反应 1 ~ 3 小时后,分离出水相,洗涤至中性、脱水干燥得精制脱色的石油树脂产品。经过步骤(2)处理的石油树脂还可以采用白土进一步吸附脱色。本发明方法工艺简单,操作方便,技术可行,成本低,实用性强,无环境污染。

1. 一种 C5 或 C9 石油树脂的氧化脱色精制方法,以 C5 或 C9 石油树脂为原料,包括如下步骤:

(1) 将石油树脂与双氧水按重量比 1:0.2 ~ 2 的比例混合,在 80 ~ 120℃ 下搅拌反应 0.5 ~ 2 小时;

(2) 在继续搅拌条件下加入过碳酸钠,所述过碳酸钠与石油树脂的重量比为 0.2 ~ 1:1,在 80 ~ 120℃ 下反应 1 ~ 3 小时后,分离出水相,洗涤至中性、脱水干燥得精制脱色的石油树脂产品。

2. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于:包括步骤(3),将经过步骤(2)处理后的石油树脂与白土按重量比 1:2% ~ 30% 的比例混合,在 100 ~ 160℃ 搅拌条件下反应 1 ~ 2 小时,然后沉淀过滤分离。

3. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于:双氧水的重量浓度为 25% ~ 35%。

4. 按照权利要求 2 所述的方法,其特征在于:所述白土为颗粒白土,颗粒白土粒度为  $\phi$  0.5 ~ 3mm。

5. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于:步骤(2)中洗涤用热水在 70 ~ 100℃ 下进行洗涤。

6. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于:步骤(2)中干燥在 80℃ ~ 120℃ 下进行干燥。

7. 按照权利要求 5 或 6 所述的方法,其特征在于:洗涤时间为 0.2 ~ 1 小时,干燥时间为 1 ~ 2 小时。

## 一种 C5/C9 石油树脂的氧化脱色精制方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种氧化脱色精制方法,具体地说是 C5/C9 石油树脂的氧化脱色精制漂白的办法。

### 背景技术

[0002] 石油树脂是利用裂化石油的副产品烯烃或环烯烃进行聚合或与醛类、芳烃、萘烯类化合物等共聚而成的树脂性物质的总称。C5 石油树脂又称碳五树脂、脂肪烃树脂,淡黄色或浅棕色片状或粒状固体。C9 石油树脂特指以包含九个碳原子的“烯烃或环烯烃进行聚合或与醛类、芳烃、萘烯类化合物等共聚而成”的树脂性物质。未经精制处理的 C5/C9 石油树脂是淡黄色至深褐色的固体,熔点高,具有较好的透明度、光泽度、相溶性、耐水性、绝缘性、优良的溶解性和对酸碱的化学稳定性,并有良好的粘结性和导热性等。主要用途有以下几点,作为橡胶加工中的增粘剂、用于制作胶粘剂特别是热熔胶粘剂和压敏胶粘剂、用于制造增强乳胶涂料,也可用于生产油溶性涂料、还适用于印刷油墨的生产以及其他用途。

[0003] 没经过精制的石油树脂,颜色深,只能用于对颜色没有特殊要求的产品,但需求较少。这就限制了对颜色特殊要求的其他行业的应用,而脱色精制后的各种浅色的石油树脂具有广泛的用途。如用于汽车、地板、家具、造纸、涂料等领域。精制石油树脂的某些性能是其他材料无法替代的。因此,长期以来,石油树脂的脱色精制是生产过程的重要研究课题。

[0004] C5/C9 石油树脂的脱色精制,工业上常采用加氢精制,其方法是将石油树脂溶解在环烷烃或芳香烃溶剂中,在与氢气混合后加热进入装有加氢催化剂的反应器中经过反应达到脱色精制的目的。这种脱色效果好,但是成本高,反应是在临氢下高温高压进行,对反应装置有着严格的要求。反应生成物要经过气液分离,溶剂蒸馏等一系列等复杂的工艺过程才能达到。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术的不足,本发明提供一种低成本、工艺简单、实用性强的石油树脂氧化脱色精制方法。

[0006] 本发明 C5/C9 石油树脂的氧化脱色精制方法,以 C5/C9 石油树脂为原料,包括如下步骤:

(1) 将石油树脂与双氧水按重量比 1 :0.2 ~ 2 的比例混合,在 80 ~ 120℃ 下搅拌反应 0.5 ~ 2 小时;

(2) 在继续搅拌条件下加入过碳酸钠,所述过碳酸钠与石油树脂的重量比为 0.2 ~ 1 : 1,在 80 ~ 120℃ 下反应 1 ~ 3 小时后,分离出水相,洗涤至中性、脱水干燥得精制脱色的石油树脂产品。

[0007] 本发明方法中,还可以包括步骤(3),将经过步骤(2)处理后的石油树脂与白土按重量比 1 :2% ~ 30% 的比例混合,在 100 ~ 160℃ 搅拌条件下反应 1 ~ 2 小时,然后沉淀过滤分离,成型得到精制脱色的 C5/C9 石油树脂产品。

[0008] 本发明方法中,所用的白土为颗粒白土,颗粒白土粒度为  $\phi$  0.5 ~ 3mm。

[0009] 本发明方法中,所用的双氧水、过碳酸钠为正常的工业产品,双氧水的重量浓度一般为 27.5% ~ 35%。

[0010] 本发明方法中,石油树脂精制过程中,步骤(2)中的洗涤和干燥可采用常规的方法,如用热水在 70 ~ 100℃ 下进行洗涤,在 80 ~ 120℃ 下进行干燥等。干燥时间一般为 1 ~ 2 小时。

[0011] 本发明石油树脂的氧化脱色精制方法,以深色石油树脂为原料,分两步完成。首先以双氧水为氧化剂,双氧水与融化的石油树脂反应,可以首先去除石油树脂中容易氧化的含有双键等不饱和键的影响色度的物质;然后再加入过碳酸钠,由于过碳酸钠遇水分解生成双氧水和碳酸钠,碳酸钠溶液呈碱性,可以增强双氧水的氧化漂白性能,进一步脱除树脂中的影响色度的杂质,达到脱色效果。本发明方法中,还可以进一步以颗粒白土为吸附剂,把一些杂质非理想组分吸附掉。本发明方法以深色石油树脂为原料,以双氧水,过碳酸钠为氧化剂,经过适宜的过程和条件,在氧化剂双氧水和过碳酸钠的协同反应作用下,再经过颗粒白土精制,把反应过程中的非理想组分去除,达到石油树脂的精制脱色目的。本发明方法工艺简单,操作方便,技术可行,成本低,实用性强,无环境污染,产品质量好等优点。

### 具体实施方式

[0012] 本发明方法中,石油树脂精制脱色反应采用具有耐热防腐衬里的敞口容器,先将石油树脂加热升温至 80 ~ 120℃ 融化,然后按所需的配比先加入双氧水,在 80 ~ 120℃ 搅拌条件下进行氧化脱色反应 0.5 ~ 2 小时,然后再缓慢加入过碳酸钠反应后 1 ~ 3 小时后分离水相,加入热水搅拌洗涤 0.2 ~ 1 小时,至中性,脱水干燥;将精制的石油树脂置于耐热容器内,加热融化,在 110 ~ 160℃ 温度下缓慢加入颗粒白土,搅拌反应 1 ~ 2 小时,沉淀过滤分离,成型得到脱色精制的石油树脂。

[0013] 本发明方法根据需要采用间歇式生产方法,也可以采用连续式生产方法。下面通过实施例具体说明本发明方法和效果,结果见表 1。

#### [0014] 实施例 1

A、将 1000 克粗石油树脂,置于有耐腐蚀衬里的带搅拌器的敞口容器内,于搅拌条件下加热升温至 80℃ ~ 120℃,将石油树脂融化。缓慢加入 1000 克浓度 35% 双氧水反应 1 小时,然后再缓慢加入 200 克过碳酸钠粉末。反应温度控制在 110℃,搅拌反应 1 个小时,水洗,脱水干燥,得到精制石油树脂。

[0015] B、将上述 A 步骤得到的精制石油树脂,置于有耐热的带搅拌器的容器内,于搅拌条件下加热升温至 110℃ ~ 140℃,将石油树脂融化。缓慢加入 300 克颗粒白土。反应温度控制在 130℃,搅拌反应 1 个小时,沉淀过滤分离。成型得到漂白精制的石油树脂产品。

#### [0016] 实施例 2

A、将 1000 克粗石油树脂,置于有耐腐蚀衬里的带搅拌器的敞口容器内,于搅拌条件下加热升温至 80℃ ~ 120℃,将石油树脂融化。缓慢加入 800 克浓度 35% 双氧水反应 1.5 小时,然后再缓慢加入 250 克过碳酸钠粉末。反应温度控制在 110℃,搅拌反应 1.5 个小时,水洗,脱水干燥,得到精制石油树脂。

[0017] B、将上述 A 步骤得到的精制石油树脂,置于有耐热的带搅拌器的容器内,于搅拌

条件下加热升温至 110℃~140℃,将石油树脂融化。缓慢加入 200 克颗粒白土。反应温度控制在 135℃,搅拌反应 1.5 个小时,沉淀过滤分离。成型得到漂白精制的石油树脂产品。

[0018] 实施例 3

A、将 1000 克粗石油树脂,置于有耐腐蚀衬里的带搅拌器的敞口容器内,于搅拌条件下加热升温至 80℃~120℃,将石油树脂融化。缓慢加入 700 克浓度 35% 双氧水反应 1 小时,然后再缓慢加入 250 克过碳酸钠粉末。反应温度控制在 110℃,搅拌反应 3 个小时,水洗,脱水干燥,得到精制石油树脂。

[0019] B、将上述 A 步骤得到的精制石油树脂,置于有耐热的带搅拌器的容器内,于搅拌条件下加热升温至 110℃~140℃,将石油树脂融化。缓慢加入 200 克颗粒白土。反应温度控制在 135℃,搅拌反应 2 个小时,沉淀过滤分离。成型得到漂白精制的石油树脂产品。

[0020] 比较例 1

与实施例 1 基本相同,不同之处为氧化剂只为双氧水,没有过碳酸钠。

[0021] A、将 1000 克粗石油树脂,置于有耐腐蚀衬里的带搅拌器的敞口容器内,于搅拌条件下加热升温至 80℃~120℃,将石油树脂融化。缓慢加入 1000 克浓度 35% 双氧水反应,反应温度控制在 110℃,搅拌反应 3 个小时,水洗,脱水干燥,得到精制石油树脂。

[0022] B、将上述 A 步骤得到的精制石油树脂,置于有耐热的带搅拌器的容器内,于搅拌条件下加热升温至 110℃~140℃,将石油树脂融化。缓慢加入 300 克颗粒白土。反应温度控制在 135℃,搅拌反应 2 个小时,沉淀过滤分离。成型得到漂白精制的石油树脂产品。

[0023]

表 1 实施例产品性质

	产率, wt%	软化点, °C	pH	颜色
实施例 1	91	92	7	乳白透明
实施例 2	92	93	7	乳白透明
实施例 3	92	93	7	乳白透明
实施例 4	91	92	7	浅黄色透明