



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103242580 A

(43) 申请公布日 2013.08.14

(21) 申请号 201210027873.2

C08K 5/17(2006.01)

(22) 申请日 2012.02.08

C08J 3/24(2006.01)

B29C 47/92(2006.01)

(71) 申请人 上海宝利纳材料科技有限公司

地址 200237 上海市徐汇区梅陇路 130 号

(72) 发明人 张靓 吴艳萍 刘陈晓 许海燕

邢紫云 吴驰飞

(74) 专利代理机构 上海伯瑞杰知识产权代理有

限公司 31227

代理人 吴瑾瑜

(51) Int. Cl.

C08L 23/06(2006.01)

C08K 5/14(2006.01)

C08K 5/5425(2006.01)

C08K 5/13(2006.01)

C08K 5/524(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备
管道材料的方法

(57) 摘要

本发明涉及材料领域和高分子材料的改性,公开了一种利用回收高密度聚乙烯 (HDPE) 低温固相挤出反应制备管道材料的方法。原料包括以下质量百分比的物质:回收 HDPE 96.8%~99.7%、交联剂 0.1%~2%、抗氧化剂 0.1%~1.5%;步骤包括:(1) 将除了回收 HDPE 以外的原料干燥后在 40~50℃下混匀,与回收 HDPE 一起加入挤出机;(2) 在 110~140℃下用挤出机以 80~150rpm 速度将混合料挤出。本发明采用低温固相反应挤出方法改变传统回料再生利用的概念,物理改性与化学改性同时在挤出机内进行,使注塑级塑料改性为挤出级塑料,并可作为管道专用材料。

1. 一种利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,其特征在于,原料包括以下质量百分比的物质:

回收 HDPE 96.8%~99.7%

交联剂 0.1%~2%

抗氧化剂 0.1%~1.5%

步骤包括:

(1) 将除了回收 HDPE 以外的原料干燥后在 40~50℃下混匀,与回收 HDPE 一起加入挤出机;

(2) 在 110~140℃下用挤出机以 80~150rpm 速度将混合料挤出;

所述交联剂为过氧化物、乙烯基硅氧烷和烯丙基硅氧烷的至少一种;所述抗氧化剂为酚类、亚磷酸酯类或胺类抗氧化剂。

2. 权利要求 1 所述利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,其特征在于,原料还包括 0.1%~0.2%色母。

3. 权利要求 1 所述利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,其特征在于,所述回收 HDPE 为注塑级的 HDPE 回收料,其中 HDPE 的纯度在 97%以上。

4. 权利要求 1 所述利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,其特征在于,所述交联剂为乙烯基三甲氧基硅烷和过氧化二异丙苯中的至少一种。

5. 权利要求 1 所述利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,其特征在于,所述抗氧化剂为二芳基仲胺或特丁基对苯二酚。

一种利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料领域,尤其是高分子材料的改性,具体为一种利用回收高密度聚乙烯(HDPE)低温固相挤出反应制备管道材料的方法。

背景技术

[0002] 市场上存在大量的注塑级 HDPE 回料,再加工时性能变差,一般的用途是将其降级使用,用做低档次低附加值产品。低温固相反应挤出技术在 PET、PC 等富含官能团的材料中经常使用,但还未见在 HDPE 的相关文献和专利中使用。通过配方及工艺的创新,在无需大量增加成本的基础上,确定一种提升回收塑料性能的方法,利用低温固相反应挤出技术,改变材料的分子量及分子量分布情况,从而使注塑级 HDPE 回料可以用作性能要求非常高的挤出级 HDPE 管道专用料使用。

[0003] 关于 HDPE 的回收已有部分文献和专利进行报道,专利文件 CN101302312 介绍了一种通过用废纸与回收高密度聚乙烯材料混炼来提高回收 HDPE 的强度的制备方法。目前国内还没有用回收 HDPE 材料制作管材的专利报道,因此,本专利中采用的低温固相反应挤出方法制造再生 HDPE 粒子,利用 HDPE 的交联来改善材料的熔融指数、抗拉强度等物理性能。

发明内容

[0004] 本发明旨在提供一种利用回收高密度聚乙烯(HDPE)低温固相挤出反应制备管道材料的方法。

[0005] 技术方案如下:将以一定比例的抗氧化剂和适量的交联剂(还可以加入色母)共混均匀与回收 HDPE 料一起加入挤出机的加料口,通过挤出机挤出及造粒制成管材用再生 HDPE 粒子。

[0006] 一种利用回收 HDPE 低温固相挤出反应制备管道材料的方法,原料包括以下质量百分比的物质:

[0007] 回收 HDPE 96.8%~99.7%

[0008] 交联剂 0.1%~2%

[0009] 抗氧化剂 0.1%~1.5%

[0010] 其中,回收 HDPE 为注塑级的 HDPE 回收料;交联剂为过氧化物、乙烯基硅氧烷和烯丙基硅氧烷的至少一种,优选为乙烯基三甲氧基硅烷和过氧化二异丙苯(DCP,过氧化物的 一种,常用于聚乙烯的交联)中的至少一种;抗氧化剂为酚类、亚磷酸酯类或胺类抗氧化剂,优选为二芳基仲胺或特丁基对苯二酚;

[0011] 步骤包括:

[0012] (1) 将除了回收 HDPE 以外的原料干燥后在 40~50℃下混匀,与回收 HDPE 一起加入挤出机;

[0013] (2) 在 110~140℃下用挤出机以 80~150rpm 速度将混合料挤出;

[0014] 优选的,原料还包括 0.1%~0.2%色母。挤出机优选同向双螺杆挤出机。

[0015] 本发明将低温固相反应挤出在 PET/PC 合金中应用的原理应用于 HDPE 材料的改性中,通过选择合适的配方及工艺参数,使回收 HDPE 在加工的过程中产生合适的交联和接枝反应。尤其是使用同向双螺杆挤出机,在较低的加工温度下对材料进行改性,可以增加螺杆对物料的剪切作用,产生较多的分子自由基发生交联支化反应,可以控制回收 HDPE 材料的分子结构,将注塑级 HDPE 回收料改性为挤出级 HDPE 管道专用料。

[0016] 本发明采用低温固相反应挤出方法改变传统回料再生利用的概念,物理改性与化学改性同时在挤出机内进行,使注塑级塑料改性为挤出级塑料,并可作为管道专用材料。

具体实施方式：

[0017] 实施例 1

[0018] a. 按下列组分和组成配料(重量百分比):回收 HDPE(原料来自于洗发水瓶、水果篮等,纯度大于 97%即为注塑级的 HDPE 回收料)98%;乙烯基三甲氧基硅烷 0.6%;DCP0.4%;特丁基对苯二酚 0.8%;黑色母 0.2%。

[0019] b. 将乙烯基三甲氧基硅烷、DCP(过氧化二异丙苯)、特丁基对苯二酚和色母在 50℃下用搅拌机以 200r/m 的速度搅拌两个小时后与回收 HDPE 材料一起加入到同向双螺杆挤出机(一种挤出机,用来混合加工原料的机器)进料口中。

[0020] c. 用挤出机以 100rpm 的速度将混合料挤出,挤出机机头分段温度分别为:110、110、110、120、120、130、130 和 140℃,用造粒机切成一定大小的颗粒后干燥。结果如表 1。

[0021] 表 1 实施例 1 再生前和再生后 HDPE 材料的性能比较

[0022]

性能	再生前 HDPE	再生后 HDPE
伸长率(%)	193±3.53	398±64.3
拉伸强度(MPa)	15.4	22.1±0.18
弯曲模量(MPa)	661±59.1	750±53.3
比重	0.973	0.954
熔融指数(190℃,5kg)	1.698	0.88

[0023] 实施例 2

[0024] a. 按下列组分和组成配料(重量百分比):回收 HDPE(原料来自于洗发水瓶、水果篮等,纯度大于 97%即为为注塑级的 HDPE 回收料)97.8%;乙烯基三乙氧基硅烷 0.8%;DCP(过氧化二异丙苯)0.4%;特丁基对苯二酚 0.8%;黑色母 0.2%。

[0025] b. 将乙烯基三甲氧基硅烷、DCP、特丁基对苯二酚和黑色母在 50℃下用搅拌机以 200r/m 的速度搅拌两个小时后与回收 HDPE 材料一起加入到同向双螺杆挤出机(一种挤出机,用来混合加工原料的机器)进料口中。

[0026] c. 用挤出机以 100rpm 的速度将混合料挤出,挤出机机头分段温度分别为:110、

110、110、120、120、130、130、140℃,用造粒机切成一定大小的颗粒后干燥。结果如表 2。

[0027] 表 2 实施例 2 再生前和再生后 HDPE 材料的性能比较

[0028]

性能	再生前 HDPE	再生后 HDPE
伸长率 (%)	193±3.53	295±56.6
拉伸强度 (MPa)	15.4	23.1±0.56
弯曲模量 (MPa)	661±59.1	728±42.6
比重	0.973	0.957
熔融指数 (190℃, 5kg)	1.698	0.67

[0029]

[0030] 实施例 3

[0031] a. 按下列组分和组成配料 (重量百分比):回收 HDPE (原料来自于饮用水等瓶子的瓶盖,纯度大于 97%即为为注塑级的 HDPE 回收料)97.8%;乙烯基三乙氧基硅烷 0.8%;DCP0.4%;二芳基仲胺 0.8%;黑色母 0.2%。

[0032] b. 将乙烯基三乙氧基硅烷、DCP、二芳基仲胺和色母在 50℃下用搅拌机以 200r/m 的速度搅拌两个小时后与回收 HDPE 材料一起加入到同向双螺杆挤出机 (一种挤出机,用来混合加工原料的机器)进料口中。

[0033] c. 用挤出机以 100rpm 的速度将混合料挤出,挤出机机头分段温度分别为:110、110、110、120、120、130、130、140℃,用造粒机切成一定大小的颗粒后干燥。

[0034] 表 3 实施例 3 再生前和再生后 HDPE 材料的性能比较

[0035]

性能	再生前 HDPE	再生后 HDPE
伸长率 (%)	295	464±16.3
拉伸强度 (MPa)	20.4	21.2±1.46
弯曲模量 (MPa)	694.1±21.3	679±22.4
比重	0.957	0.96
熔融指数 (190℃, 5kg)	5.814	0.84

[0036] 改性再生后的 HDPE 材料,由注塑级 HDPE 改性为挤出级的 HDPE,伸长率有大幅度提高,拉伸强度和弯曲模量有改善,熔融指数明显降低,符合管道材料的使用要求。