



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116023729 A

(43) 申请公布日 2023.04.28

(21) 申请号 202310037258.8 *C08K 5/372* (2006.01)

(22) 申请日 2023.01.09 *C08K 5/134* (2006.01)

(71) 申请人 广州华新科智造技术有限公司 *C08J 3/22* (2006.01)
地址 510000 广东省广州市广州经济技术
开发区神舟路19号自编(1)栋2楼 *C08J 5/18* (2006.01)
申请人 中信钛业股份有限公司

(72) 发明人 钱玉英 陈绍升 冯晓涛 于学成
吴琼 姜志刚 王建伟 丘琪

(74) 专利代理机构 广州三环专利商标代理有限
公司 44202
专利代理师 王姣

(51) Int. Cl.
C08L 23/06 (2006.01)
C08L 23/08 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法,属于高分子材料技术领域。所述产品包括以下重量份的组分:LDPE 10~15份、LLDPE 9~14份、钛白粉70~75份、PE蜡1~4份、润滑剂0.5~3份、耐黄变剂0.2~2份、抗氧剂0.1~1份以及紫外线吸收剂0.2~1份;所述耐黄变剂为季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯。该产品以特定的基体树脂搭配助剂负载钛白粉颜料,不仅白度高、分散性好,同时具有优异的耐黄变性能,使用寿命长,非常适合用于制备PE白色薄膜。

1. 一种PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,包括以下重量份的组分:

LDPE 10~15份、LLDPE 9~14份、钛白粉70~75份、PE蜡1~4份、润滑剂0.5~3份、耐黄变剂0.2~2份、抗氧剂0.1~1份以及紫外线吸收剂0.2~1份;所述耐黄变剂为季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯。

2. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述PE白色薄膜专用母粒根据BS-EN13900-5的压滤值 ≤ 15 bar。

3. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述LDPE根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为20~60g/10min。

4. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述LLDPE根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为10~40g/10min。

5. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述PE蜡的平均分子量为1000~3000。

6. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述润滑剂为芥酸酰胺、季戊四醇硬脂酸酯中的至少一种。

7. 如权利要求1所述PE白色薄膜专用母粒,其特征在于,所述抗氧剂为四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯,所述紫外线吸收剂为UV-531。

8. 如权利要求1~7任一项所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将钛白粉、PE蜡和润滑剂在高混机I中以800~1000rpm的速率混合分散,得A料;

(2) 将LDPE、LLDPE、耐黄变剂、抗氧剂和紫外线吸收剂在搅拌机II中以40~120rpm的速率混合分散,得B料;

(3) 向双螺杆挤出机中采用双下料管道和双失重式喂料机分别加入A料和B料,随后依次经塑化分散、挤出拉条、水冷风干、切粒、均化,即得所述PE白色薄膜专用母粒。

9. 如权利要求8所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法,其特征在于,所述双螺杆挤出机的温度设定为:一区90~120℃,二区140~150℃,三区165~170℃,四区175~180℃,五区175~180℃,六区175~180℃,七区165~170℃,八区165~170℃,九区165~170℃,十区165~170℃;所述双螺杆挤出机的螺杆转速为200~250rpm。

10. 如权利要求1~7任一项所述PE白色薄膜专用母粒在制备PE白色薄膜中的应用。

一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高分子材料技术领域,具体涉及一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法。

背景技术

[0002] PE白色薄膜是一种常用的塑料薄膜,其一般通过吹膜法将含有白色色料的PE料经熔融塑化、挤出、吹膜等工艺制备得到。在PE料中直接加入色料会导致分散不均,白度不高的问题,因此目前大部分工艺会以PE为载体负载色料先制备成白色母粒,随后再将母粒放入PE料中混合吹膜。

[0003] 然而,现有工艺制备的PE白色母粒的使用效果并不理想,主要原因在于现有PE白色母粒一般以PE和白色颜料并联同一些偶联剂、稳定剂、润滑剂等原料直接分散混合,随后在螺杆挤出机中直接制备母粒,这类母粒成分组成不合理且制备出来的产品分散性不佳,经常导致产品白度不足、色系不均匀、容易出现黄变等各种问题。CN202011060370.6公开了一种通用白色母粒,该母粒由载体树脂、钛白粉颜料、分散剂、抗氧剂和脱硅粉料制备而成,但该产品的颜料比例过低,导致在正常添加量下产品的白度不足,同时其含有的脱硅粉料还会降低着色材料的表面光泽,不适用于薄膜制品。CN202111246501.4公开了一种高白度PE白色母粒,该母粒中的钛白粉颜料比例较高,白度较高,但相对而言其在制备过程中钛白粉颜料在基体树脂中分散困难,在挤塑过程中容易出现断条,不仅影响生产,所得产品的PE树脂浸润性和包裹性差,在振筛过程中脱粉掉落现象严重,分散性也较差,同样不适用于薄膜制品。

发明内容

[0004] 基于现有技术存在的缺陷,本发明的目的在于提供了一种PE白色薄膜专用母粒,该产品以特定的基体树脂搭配助剂负载钛白粉颜料,不仅白度高、分散性好,同时具有优异的耐黄变性能,使用寿命长,非常适合用于制备PE白色薄膜。

[0005] 为了达到上述目的,本发明采取的技术方案为:

[0006] 一种PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0007] LDPE 10~15份、LLDPE 9~14份、钛白粉70~75份、PE蜡1~4份、润滑剂0.5~3份、耐黄变剂0.2~2份、抗氧剂0.1~1份以及紫外线吸收剂0.2~1份;所述耐黄变剂为季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯。

[0008] 在PE白色薄膜领域中,专用的白色色料母粒并非添加越多便可使最终制备的产品白度越高,主要是因为白色色料母粒的添加存在饱和情况,在自身白度一定的情况下,只有提升母粒本身的分散性才能提升该饱和值,使产品的白度提升。而在本发明所述PE白色薄膜专用母粒的组分中,为了保障产品的初始白度,使用了高含量的钛白粉,同时引入LDPE(低密度聚乙烯)和LLDPE(线性低密度聚乙烯)两种胶黏性不同的高流动性树脂对钛白粉进行浸润和分散,提高产品的分散饱和值。其次,组分中的PE蜡与PE树脂的相容性好,流动性

也较好,可以协同润滑剂进一步提升基体树脂对于钛白粉的浸润性和包覆程度。另一方面,所述产品的组分中引入季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯作为耐黄变剂,季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯含有多个特异性官能团,在本发明所述高钛白粉含量、高流动性树脂基体体系中相比于其他常见的耐黄变剂具有更高效的抗老化、耐黄变效果,使得产品具有更长久的使用寿命。

[0009] 优选地,所述PE白色薄膜专用母粒根据BS-EN13900-5的压滤值 ≤ 15 bar。

[0010] 更优选地,所述PE白色薄膜专用母粒的压滤值的测试方法为:将PE白色薄膜专用母粒与LDPE混合,所得混合料采用色母分散仪和1400目滤网进行压滤值检测;所述PE白色薄膜专用母粒与LDPE的质量比为0.08:1。

[0011] 如上文所述,现有技术中并没有过多关注母粒本身的分散性,而母粒的分散性并不是简单地认为其粒径越小,分散性越好。为了确认本发明所述PE白色薄膜专用母粒的分散性,发明人以压滤值对分散性进行表征,当压滤值越低,说明所述PE白色薄膜专用母粒在LDPE等塑料中的分散性越好,在制备成白色薄膜后均匀性更好。

[0012] 优选地,所述LDPE根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为20~60g/10min。

[0013] 优选地,所述LLDPE根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为10~40g/10min。

[0014] 优选地,所述钛白粉为氯化法制备的金红石型钛白粉。

[0015] 通过氯化法制备的金红石型钛白粉杂质少,初始白度高,相比于其他晶型例如锐钛矿型钛白粉的着色效果更好。

[0016] 优选地,所述PE蜡的平均分子量为1000~3000。

[0017] 优选地,所述润滑剂为芥酸酰胺、季戊四醇硬脂酸酯中的至少一种。

[0018] 更优选地,所述润滑剂为芥酸酰胺和季戊四醇硬脂酸酯的混合物。

[0019] 优选地,所述抗氧剂为四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯,所述紫外线吸收剂为UV-531。

[0020] 本发明的另一目的在于提供所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法,包括以下步骤:

[0021] (1) 将钛白粉、PE蜡和润滑剂在高混机I中以800~1000rpm的速率混合分散,得A料;

[0022] (2) 将LDPE、LLDPE、耐黄变剂、抗氧剂和紫外线吸收剂在搅拌机II中以40~120rpm的速率混合分散,得B料;

[0023] (3) 向双螺杆挤出机中采用双下料管道和双失重式喂料机分别加入A料和B料,随后依次经塑化分散、挤出拉条、水冷风干、切粒、均化,即得所述PE白色薄膜专用母粒。

[0024] 在本发明所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法中,采用物料分步预混合的方式将钛白粉与PE蜡和润滑剂预先高速浸润分散,避免钛白粉直接与塑料树脂基体混合导致粉体搅拌不均匀,进而出现粉体和树脂基体颗粒沉降分层的问题。当钛白粉被充分均匀分散形成A料,而LDPE和LLDPE等塑料树脂基体与耐黄变剂等组分混合形成B料后,通过双下料管道和双失重式喂料机对两者分别进行下料,有效解决了传统下料管道中钛白粉等粉体容易出现分层沉降,下料不均的问题,使两种物料可做到精准下料,同时下料,制备的产品具有均

一化的品质。

[0025] 优选地,所述双螺杆挤出机的温度设定为:一区90~120℃,二区140~150℃,三区165~170℃,四区175~180℃,五区175~180℃,六区175~180℃,七区165~170℃,八区165~170℃,九区165~170℃,十区165~170℃。

[0026] 在双螺杆挤出机中,前段温区为进料段,而三区时物料被压实和塑化,四~六区属于熔融混炼和排气区,因此这部分区域的温度不宜过高或太低,避免部分物料分解,或者物料分散不均。

[0027] 优选地,所述双螺杆挤出机的螺杆转速为200~250rpm。

[0028] 双螺杆挤出机的螺杆转速设置在所述范围内可保障合适的剪切强度,保障物料的分散性,同时也不会产生过量热量造成物料分解。

[0029] 本发明的再一目的在于提供所述PE白色薄膜专用母粒在制备PE白色薄膜中的应用。

[0030] 本发明所述PE白色薄膜专用母粒分散性高,初始白度高,同时具有较强的耐老化性能,可保持长效耐黄变效果,与PE树脂混合并吹膜制备成白色薄膜后具有高白度和高遮盖效果,产品光泽度高且稳定性强,使用寿命长。

[0031] 本发明的有益效果在于,本发明提供了一种PE白色薄膜专用母粒,该产品以特定的基体树脂搭配助剂负载钛白粉颜料,不仅白度高、分散性好,同时具有优异的耐黄变性能,使用寿命长,非常适合用于制备PE白色薄膜。

具体实施方式

[0032] 为了更好地说明本发明的目的、技术方案和优点,下面将结合具体实施例及对比例对本发明作进一步说明,其目的在于详细地理解本发明的内容,而不是对本发明的限制。本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明的保护范围。本发明实施所涉及的实验试剂及仪器,除非特别说明,均为常用的普通试剂及仪器。

[0033] 实施例1

[0034] 本发明所述一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法的实施例,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0035] LDPE 13份、LLDPE 11份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.6份、抗氧化剂0.3份以及紫外线吸收剂0.5份;

[0036] 所述LDPE为燕山石化LD450,根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为45g/10min;

[0037] 所述LLDPE为中石化7144粉,根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为20g/10min;

[0038] 所述钛白粉为市售氯化法制备的金红石型钛白粉;

[0039] 所述PE蜡的平均分子量为2000;

[0040] 所述润滑剂为市售芥酸酰胺和季戊四醇硬脂酸酯按照质量比1:1的混合物;

[0041] 所述耐黄变剂为市售季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯;

[0042] 所述抗氧化剂为市售四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯;

[0043] 所述紫外线吸收剂为市售UV-531。

[0044] 所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法,包括以下步骤:

[0045] (1)将钛白粉、PE蜡和润滑剂在高混机I中以900rpm的速率混合分散,得A料;

[0046] (2)将LDPE、LLDPE、耐黄变剂、抗氧剂和紫外线吸收剂在搅拌机II中以80rpm的速率混合分散,得B料;

[0047] (3)向双螺杆挤出机中采用双下料管道和双失重式喂料机分别加入A料和B料,随后依次经塑化分散、挤出拉条、水冷风干、切粒、均化,即得所述PE白色薄膜专用母粒;

[0048] 所述双螺杆挤出机的温度设定为:一区90~120℃,二区140~150℃,三区165~170℃,四区175~180℃,五区175~180℃,六区175~180℃,七区165~170℃,八区165~170℃,九区165~170℃,十区165~170℃;

[0049] 所述双螺杆挤出机的螺杆转速为200~250rpm。

[0050] 实施例2

[0051] 本发明所述一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法的实施例,与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0052] LDPE 10份、LLDPE 9份、钛白粉75份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.6份、抗氧剂0.3份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0053] 实施例3

[0054] 本发明所述一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法的实施例,与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0055] LDPE 10份、LLDPE 14份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.6份、抗氧剂0.3份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0056] 对比例1

[0057] 一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法,与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0058] LDPE 13份、LLDPE 11份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.9份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0059] 对比例2

[0060] 一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0061] LDPE 13份、LLDPE 11份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、抗氧剂0.9份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0062] 对比例3

[0063] 本对比例与实施例1的差别仅在于,所述耐黄变剂从季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯替换为亚磷酸三(2,4-二叔丁基苯基)酯。

[0064] 对比例4

[0065] 本对比例与实施例1的差别仅在于,所述耐黄变剂从季戊四醇四(3-月桂基硫代丙酸)酯替换为 β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸十八碳醇酯。

[0066] 对比例5

[0067] 一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法,与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄

膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0068] LDPE 5份、LLDPE 19份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.6份、抗氧剂0.3份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0069] 对比例6

[0070] 一种PE白色薄膜专用母粒及其制备方法,与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄膜专用母粒,包括以下重量份的组分:

[0071] LDPE 19份、LLDPE 5份、钛白粉70份、PE蜡2份、润滑剂2份、耐黄变剂0.6份、抗氧剂0.3份以及紫外线吸收剂0.5份。

[0072] 对比例7

[0073] 本对比例与实施例1的差别仅在于,所述LDPE (LD450) 替换为LDPE (1F7B) 根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为7g/10min。

[0074] 对比例8

[0075] 本对比例与实施例1的差别仅在于,所述LLDPE (7144粉) 替换为LLDPE (7042), 根据GB/T3682.1-2018在190℃,2.16kg负荷下的熔融指数为2g/10min。

[0076] 对比例9

[0077] 本对比例与实施例1的差别仅在于,所述PE白色薄膜专用母粒的制备方法,包括以下步骤:

[0078] (1)将各组分在高混机I中以900rpm的速率混合分散,得A料;

[0079] (2)向双螺杆挤出机中采用单下料管道和失重式喂料机加入A料,随后依次经塑化分散、挤出拉条、水冷风干、切粒、均化,即得所述PE白色薄膜专用母粒。

[0080] 效果例

[0081] 为了验证本发明所述PE白色薄膜专用母粒的使用效果,将各实施例和对比例产品按照5wt%添加量添加至LDPE (1F7B) (熔融指数为7g/10min) 中混合均匀,随后经加工,采用吹膜机加工制备厚度为0.025mm的PE白色薄膜,根据CIE 2000测试标准采用色差仪测试产品的初始Lab值,同时测试产品的透光率;随后将产品在80℃烘箱中常压恒温放置168h后取出,采用相同方法测试产品的Lab值,并采用放置前后的Lab值计算产品老化前后色差 ΔE 。

[0082] 根据BS-EN13900-5,将PE白色薄膜专用母粒与LDPE (1F7B) 混合均匀,所得混合料采用色母分散仪和1400目滤网进行压滤值检测;所述PE白色薄膜专用母粒与LDPE的质量比为8:92。

[0083] 根据GB/T3682.1-2018,测试各产品的熔融指数。

[0084] 同时,为了方便比较现有产品,以业内评价较高的常州A公司和东莞B公司产的市售PE白色母粒A和B(钛白粉含量均约为70wt%) 作为对照品1和2进行相同测试,各产品和对照品的测试结果如表1所示。

[0085] 表1

| 测试项目 | 初始 L 值 | 初始 b 值 | 色差 ΔE | 透光率 (%) | 压滤值 (bar) | 熔融指数 (g/10min) |
|--------------|--------|--------|---------------|---------|-----------|----------------|
| [0086] 实施例 1 | 98.71 | 1.59 | 0.70 | 34.7 | 11.4 | 63 |

| | | | | | | | |
|--------|-------|-------|------|------|------|------|----|
| [0087] | 实施例 2 | 98.74 | 1.57 | 0.72 | 33.3 | 13.0 | 59 |
| | 实施例 3 | 98.70 | 1.61 | 0.77 | 34.9 | 11.7 | 57 |
| | 对比例 1 | 98.72 | 1.63 | 1.45 | 34.3 | 11.8 | 64 |
| | 对比例 2 | 98.12 | 1.74 | 2.04 | 35.1 | 12.1 | 60 |
| | 对比例 3 | 98.09 | 1.75 | 2.09 | 34.2 | 12.2 | 62 |
| | 对比例 4 | 98.05 | 1.69 | 2.12 | 34.6 | 12.6 | 60 |
| | 对比例 5 | 98.38 | 1.60 | 0.72 | 40.3 | 18.6 | 41 |
| | 对比例 6 | 98.45 | 1.65 | 0.74 | 38.4 | 16.5 | 66 |
| | 对比例 7 | 98.08 | 1.59 | 0.76 | 41.3 | 20.2 | 34 |
| | 对比例 8 | 98.04 | 1.58 | 0.72 | 42.5 | 22.7 | 29 |
| | 对比例 9 | 98.02 | 1.60 | 1.03 | 35.6 | 19.1 | 62 |
| | 对照品 1 | 97.14 | 2.31 | 2.8 | 49.7 | 35.8 | 27 |
| | 对照品 2 | 97.05 | 2.56 | 3.0 | 52.1 | 36.7 | 24 |

[0088] 从表1可以看出,本发明所述PE白色薄膜专用母粒具有较高的初始白度,黄度低,产品的分散性好,在应用于制备PE白色薄膜时,可赋予产品良好的耐黄变性能和色系均匀性,制备的PE白色薄膜的透光率低,其使用效果远优于现有市售母粒的对照品1和2。在本发明所述产品中,耐黄变剂的使用对其耐黄变性有较大影响,该组分的缺少或者种类的非优选替换均会使得产品在耐黄变老化处理后的色差变大。产品组分中的钛白粉含量较多,为了保障制备的PE白色薄膜专用母粒的分散性,需要采用特定比例的LDPE和LLDPE相搭配作为基体树脂。相比之下,各对比例产品的组分选择或制备工艺并非本发明限定范围之内,得到的母粒产品难以实现预期如实施例产品类似的技术效果。

[0089] 最后所应当说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对本发明保

护范围的限制,尽管参照较佳实施例对本发明作了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的实质和范围。