



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114106330 A

(43) 申请公布日 2022. 03. 01

(21) 申请号 202111657530.X

(22) 申请日 2021.12.31

(71) 申请人 南京清研新材料研究院有限公司
地址 210048 江苏省南京市江北新区长芦
街道宁六路606号D栋11楼

(72) 发明人 张奇 丁丽娜 游石枝

(74) 专利代理机构 南京众联专利代理有限公司
32206

代理人 王荷英

(51) Int. Cl.

C08G 75/23 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

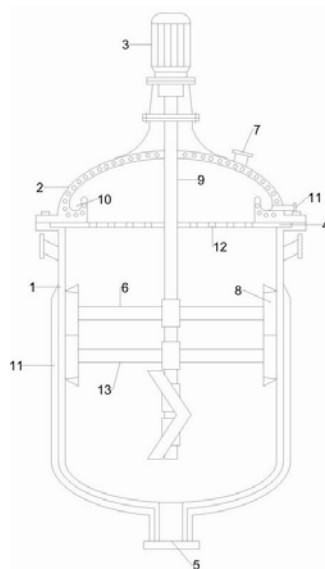
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺及装置

(57) 摘要

本发明一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺, (1) 反应釜中加入双酚A、4,4'-二氯二苯砜单体、四丁基氯化铵, 氢氧化钠, 反应得到双酚A型聚砜树脂 (2) 将纳米材料分散于溶剂中, 缓慢滴加至步骤 (1) 制备的双酚A型环氧树脂中, 加入氢氧化钠, 反应得到双酚A型聚砜树脂改性材料; 制备工艺简单, 添加纳米二氧化硅或氧化石墨烯提高双酚A型聚砜树脂的耐腐蚀性; 本发明制备装置, 结构简单, 搅拌均匀, 釜内无残留, 实用性好, 效率高。



1. 一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备工艺,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 反应釜中加入双酚A、4,4'-二氯二苯砜单体和四丁基氯化铵,通氮气置换三次,在氮气保护下混合5-20min,升温至125-160℃,加入氢氧化钠,保温反应4-8小时,得到双酚A型聚砜树脂,反应过程中保持反应釜内氮气压力为0.02-0.05Mpa;

(2) 将纳米材料分散于溶剂中,氮气保护,搅拌中缓慢滴加至步骤(1)制备的双酚A型环氧树脂中,滴加结束后,升温至60-80℃,加入氢氧化钠,反应2-3小时,抽真空反应1-3小时,得到双酚A型聚砜树脂改性材料。

2. 根据权利要求1所述的一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,其特征在于,所述步骤(1)中双酚A与4,4'-二氯二苯砜单体与氢氧化钠的摩尔比为1:3-5:1.5-2;所述双酚A与四丁基氯化铵的质量比1:0.005-0.02。

3. 根据权利要求1所述的一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,其特征在于,所述步骤(2)中纳米材料为纳米二氧化硅、氧化石墨烯中的一种。

4. 根据权利要求1所述的一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,其特征在于,所述步骤(2)中双酚A型聚砜树脂与纳米材料与氢氧化钠的质量比为1:0.001-0.005:0.1-0.5。

5. 一种如权利要求1-4任一项所述的双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,其特征在于,包括反应釜,反应釜包括设有冷凝系统的釜盖和设有上封板的釜体,釜体外设有加热系统,釜体侧面上部设有进料口和进气口,釜体底部设有出料口,釜体上端设有凹台,凹台内设有上封板,釜盖上设有电机、出气口,电机连接转轴,转轴底部贯穿釜盖和上封板悬置于釜体内,转轴底部设有多个搅拌机构。

6. 根据权利要求5所述的一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,其特征在于,所述釜盖内设冷却水管,所述釜盖内部底端设有U型槽,所述U型槽的底端设有冷凝液出口。

7. 根据权利要求5所述的一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,其特征在于,所述上封板上设有多个通气孔。

8. 根据权利要求5所述的一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,其特征在于,所述搅拌机构包括第一搅拌单元和第二搅拌单元,所述第一搅拌单元在第二搅拌单元上方,所述第一搅拌单元与第二搅拌单元垂直。

9. 根据权利要求8所述的一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,其特征在于,所述第一搅拌单元包括第一搅拌桨和第二搅拌桨,所述第一搅拌桨和第二搅拌桨的一端固定在转轴上,另一端连接同一V型刮板,所述第二搅拌单元与第一搅拌单元结构相同。

一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺及装置

技术领域

[0001] 本发明属于高分子材料及制备装置技术领域,具体涉及一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺及装置。

背景技术

[0002] 聚砜树脂,分子式: $(C_{27}H_{22}O_4S)_n$,为白色颗粒状固体,密闭于阴凉干燥环境中,用于生产涤棉、无纺布等,电器、电子、仪器、仪表及宇航部门作耐热、耐蚀、高强度零件及绝缘制件、工业用膜等,用作环氧树脂的增韧剂,配制高强、耐高温结构胶黏剂。双酚A型聚砜树脂是最早问世的聚砜类塑料品种,是目前最常用的聚砜类塑料,尺寸稳定性好,具有良好的形变稳定性。双酚A型聚砜树脂的耐腐蚀性相对较差,使得其应用受限,另外聚砜树脂及其改性材料制备中,其粘度相对较大,搅拌力度达不到,且釜壁残留较多,因此双酚A型聚砜树脂的改性及其相应制备装置的配套具有重要意义。

发明内容

[0003] 为解决上述问题,本发明公开了一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,制备工艺简单,耐腐蚀性能好,制备装置结构简单,搅拌力度好,大大减少釜内残留。

[0004] 为达到上述目的,本发明的技术方案如下:

本发明的一个目的是提供一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,包括以下步骤:

反应釜中加入双酚A、4,4'-二氯二苯砜单体和四丁基氯化铵,通氮气置换三次,在氮气保护下混合5-20min,升温至125-160℃,加入氢氧化钠,保温反应4-8小时,得到双酚A型聚砜树脂,反应过程中保持反应釜内氮气压力为0.02-0.05Mpa;

(2)将纳米材料分散于溶剂中,氮气保护,搅拌中缓慢滴加至步骤(1)制备的双酚A型环氧树脂中,滴加结束后,升温至60-80℃,加入氢氧化钠,反应2-3小时,抽真空反应1-3小时,得到双酚A型聚砜树脂改性材料。

[0005] 进一步地,所述步骤(1)中双酚A与4,4'-二氯二苯砜单体与氢氧化钠的摩尔比为1:3-5:1.5-2;所述双酚A与四丁基氯化铵的质量比为1:0.005-0.02。

[0006] 进一步地,所述步骤(2)中双酚A型聚砜树脂与纳米材料与氢氧化钠的质量比为1:0.001-0.005:0.1-0.5。

[0007] 本发明的另一个目的是提供一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,包括反应釜,反应釜包括设有冷凝系统的釜盖和设有上封板的釜体,釜体外设有加热系统,釜体侧面上部设有进料口和进气口,釜体底部设有出料口,釜体上端设有凹台,凹台内设有上封板,釜盖上设有电机、出气口,电机连接转轴,转轴底部贯穿釜盖和上封板悬置于釜体内,转轴底部设有多个搅拌机构。

[0008] 进一步地,所述釜盖内设冷却水管,所述釜盖内部底端设有U型槽,所述U型槽的底端设有冷凝液出口。

[0009] 进一步地,所述上封板上设有多个通气孔。

[0010] 进一步地,所述搅拌机构包括第一搅拌单元和第二搅拌单元,所述第一搅拌单元在第二搅拌单元上方,所述第一搅拌单元与第二搅拌单元垂直。

[0011] 进一步地,所述第一搅拌单元包括第一搅拌桨和第二搅拌桨,所述第一搅拌桨和第二搅拌桨的一端固定在转轴上,另一端连接同一V型刮板,所述第二搅拌单元与第一搅拌单元结构相同。

本发明的有益效果为:

本发明一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,制备工艺简单,添加纳米二氧化硅或氧化石墨烯提高双酚A型聚砜树脂的耐腐蚀性。

[0012] 本发明制备装置,结构简单,搅拌均匀,釜内无残留,实用性好,效率高。

附图说明

[0013] 图1为本发明制备装置结构示意图

附图标识列表:

1、釜体;2、釜盖;3、电机;4、上封板;5、出料口;6、第一搅拌桨;7、出气口;8、V型刮板;9、转轴;10、U型槽;11、加热系统;12、通气孔;13、第二搅拌桨。

具体实施方式

[0014] 下面结合附图和具体实施方式,进一步阐明本发明,应理解下述具体实施方式仅用于说明本发明而不用于限制本发明的范围。

[0015] 实施例1

一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,包括以下步骤:

(1) 反应釜中加入双酚A、4,4'-二氯二苯砜单体和四丁基氯化铵,通氮气置换三次,在氮气保护下混合10min,升温至160℃,加入氢氧化钠,保温反应4小时,得到双酚A型聚砜树脂,反应过程中保持反应釜内氮气压力为0.02Mpa;

(2) 将纳米材料分散于溶剂中,氮气保护,搅拌中缓慢滴加至步骤(1)制备的双酚A型环氧树脂中,滴加结束后,升温至60-70℃,加入氢氧化钠,反应2-3小时,抽真空反应1-2小时,得到双酚A型聚砜树脂改性材料。

[0016] 步骤(1)中双酚A与4,4'-二氯二苯砜单体与氢氧化钠的摩尔比为1:3:1.5所述双酚A与四丁基氯化铵的质量比1:0.02。

[0017] 步骤(2)中双酚A型聚砜树脂与纳米材料与氢氧化钠的质量比为1:0.005:0.5。

[0018] 实施例2

一种双酚A型聚砜树脂及其改性材料的制备工艺,包括以下步骤:

(1) 反应釜中加入双酚A、4,4'-二氯二苯砜单体和四丁基氯化铵,通氮气置换三次,在氮气保护下混合10min,升温至150℃,加入氢氧化钠,保温反应6小时,得到双酚A型聚砜树脂,反应过程中保持反应釜内氮气压力为0.03Mpa;

(2) 将纳米材料分散于溶剂中,氮气保护,搅拌中缓慢滴加至步骤(1)制备的双酚A型环氧树脂中,滴加结束后,升温至70-80℃,加入氢氧化钠,反应2-3小时,抽真空反应1-2小时,得到双酚A型聚砜树脂改性材料。

[0019] 步骤(1)中双酚A与4,4'-二氯二苯砜单体与氢氧化钠的摩尔比为1:5:2;所述双酚A与四丁基氯化铵的质量比为1:0.01。

[0020] 步骤(2)中双酚A型聚砜树脂与纳米材料与氢氧化钠的质量比为1:0.003:0.3。

[0021] 实施例3

一种双酚A型聚砜树脂改性材料的制备装置,包括反应釜,反应釜包括设有冷凝系统的釜盖2和设有上封板4的釜体1,上封板4上设有多个通气孔12,釜体1外设有加热系统11,釜体1侧面上部设有进料口和进气口,釜体1底部设有出料口5,釜体1上端设有凹台,凹台内设有上封板4,釜盖2上设有电机3、出气口7,电机3连接转轴9,转轴9底部贯穿釜盖2和上封板4悬置于釜体1内,转轴9底部设有多个搅拌机构;釜盖2内设冷却水管,釜盖2内部底端设有U型槽10,U型槽10的底端设有冷凝液出口。搅拌机构包括第一搅拌单元和第二搅拌单元,所述第一搅拌单元在第二搅拌单元上方,所述第一搅拌单元与第二搅拌单元垂直;第一搅拌单元包括第一搅拌桨6和第二搅拌桨13,所述第一搅拌桨6和第二搅拌桨13的一端固定在转轴9上,另一端连接同一V型刮板8,所述第二加班单元与第一搅拌单元结构相同。

[0022] 工作原理:物料从进料口添加,开启电机3、加热系统11、冷凝系统,转轴9带动第一搅拌单元和第二搅拌单元运转,对物料进行搅拌,V型刮板8可以及时将黏附在釜壁上的物料刮下来,置换氮气时,通过进气口进行通入氮气,从釜盖2上的出气口7排出,反应过程,挥发的水分和有机溶剂从通气孔12进入釜盖2,经过冷凝系统的冷凝沿釜盖2滑落至U型槽10,从冷凝液出口排出。

[0023] 需要说明的是,以上内容仅仅说明了本发明的技术思想,不能以此限定本发明的保护范围,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰均落入本发明权利要求书的保护范围之内。

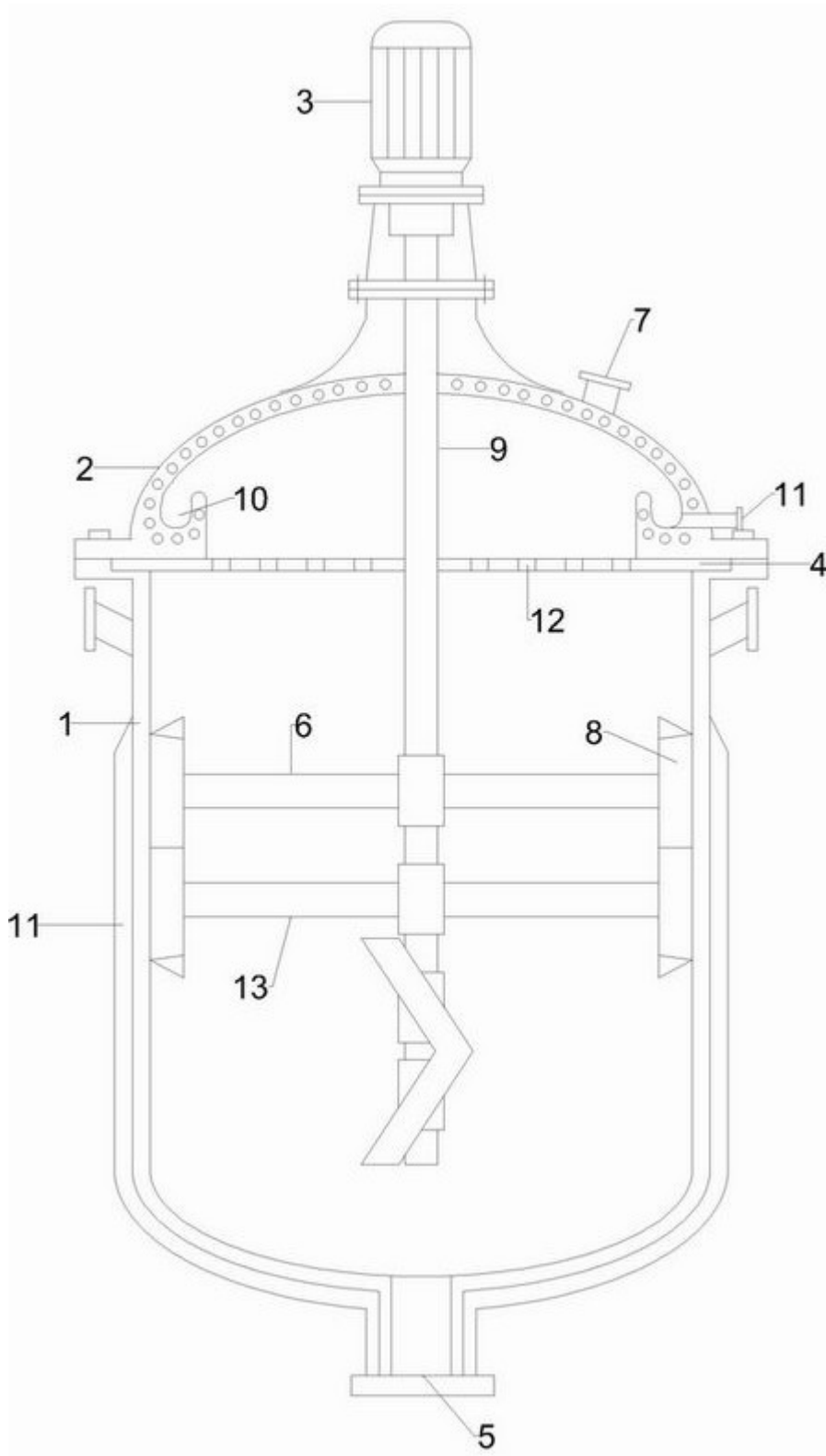


图1