



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103012738 A

(43) 申请公布日 2013.04.03

(21) 申请号 201310011152.7 *C08K 9/04* (2006.01)
(22) 申请日 2013.01.11 *C08K 7/18* (2006.01)
(71) 申请人 陕西煤业化工技术研究院有限责任公司 *C08J 9/14* (2006.01)
地址 710077 陕西省西安市高新区锦业一路 *C08L 75/08* (2006.01)
2 号陕西煤业化工集团公司
(72) 发明人 付东升 杨阳 张云 唐应吉
郑化安
(74) 专利代理机构 西安通大专利代理有限责任公司
公司 61200
代理人 蔡和平
(51) Int. Cl.
C08G 18/76 (2006.01)
C08G 18/48 (2006.01)
C08G 18/24 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

一种改性粉煤灰增强硬质聚氨酯泡沫材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,包括:1)用电动搅拌机将聚醚多元醇、发泡剂、泡沫稳定剂、催化剂和改性粉煤灰微珠在容器中充分搅拌均匀;2)加入一定配比的异氰酸酯,快速搅拌,得到预混物;3)将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压后脱模,即制得粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫。本发明还涉及到改性粉煤灰微珠的制备方法及其原料复合偶联剂的制备方法,通过采用改性粉煤灰填充硬质聚氨酯泡沫材料,可以有效改善聚氨酯泡沫材料的力学性能和耐热性能,降低了生产成本,并实现了粉煤灰的有效利用,是绿色环保的新材料制备路径,并能够给社会带来了巨大的经济效益。

1. 一种改性粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫材料,其特征在于,包括下述质量比的原料:

聚醚多元醇	80-120 份;
异氰酸酯	60-150 份;
改性粉煤灰微珠	20-80 份;
发泡剂	3-20 份;
泡沫稳定剂	0.2-5 份;
催化剂 1	0.01-2 份;
催化剂 2	0.01-2 份。

2. 根据权利要求 1 所述的一种改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料,其特征在于,所述改性粉煤灰微珠为粉煤灰经与复合偶联剂活化处理、烘烤筛选分理出的粉煤灰微珠。

3. 根据权利要求 1 所述的一种改性粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫材料,其特征在于,所述异氰酸酯为甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯或多亚甲基多苯基异氰酸酯中的一种或多种的组合物;

所述发泡剂是无氯氢氟烃类(HFC):1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)、1,1,1,3,3-五氟丁烷(HFC-365mfc),或正戊烷;

所述泡沫稳定剂是有机硅油类化合物:二甲基硅油;

所述催化剂 1 是四甲基乙二胺、三乙醇胺、三亚乙基二胺、N,N-二甲基环己胺中的一种或多种组合物;

所述催化剂 2 是二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、硫醇二丁锡或二醋酸二丁基锡中的一种或多种组合物。

4. 一种权利要求 1-3 任一项所述的改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,其特征在于,该方法包括下述步骤:

1) 用电动搅拌器将聚醚多元醇、发泡剂、泡沫稳定剂、催化剂和改性粉煤灰微珠按一定质量比的配比在容器中充分搅拌均匀;

2) 待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的异氰酸酯,快速搅拌均匀后得到预混物;

3) 将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,经保压后脱模,即制得粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫。

5. 根据权利要求 4 所述的改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,其特征在于,所述改性粉煤灰微珠通过下述方法制备:

1) 将粉煤灰进行筛分分选;

2) 将粉煤灰放置在烘箱中加热至 100-150℃,充分烘干;

3) 将烘干的粉煤灰倒入高速混合机中,复合偶联剂溶液按比例分批加入,高速搅拌混合活化处理,控温在 100 ~ 130℃下烘烤,然后经过筛选分理出的粒径在 200 目以下分散均匀的粉煤灰微珠。

6. 根据权利要求 5 所述的改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,其特征在于,所述粉煤灰与复合偶联剂溶液按照质量比为 100:10-15 份的比例分批加入。

7. 根据权利要求 5 所述的改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,其特征在于,所述复合偶联剂通过下述方法制备:

按照质量比将 0-50 份钛酸酯、0-20 份铝酸酯、0-30 份磷酸酯、0-20 份硼酸酯类偶联剂的两种或多种配置于容器中,加入稀释剂 50-70 份异丙醇,搅拌 10-30min 即得。

8. 根据权利要求 7 所述的改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,其特征在于,所述钛酸酯为二辛基磷酸酰氧基钛酸酯(NDZ-101)或二(二辛基焦磷酸酰氧基)乙撑钛酸酯(NDZ-311)中的一种或多种;

所述铝酸酯偶联剂为二硬脂酰氧异丙基铝酸酯(SG-A1821);

所述磷酸酯偶联剂为 DN-27;

所述硼酸酯类偶联剂为 PRA-101。

9. 权利要求 1-4 任一项所述的改性粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫材料用于道路、桥梁、建筑、化工设备、防护或采矿领域。

一种改性粉煤灰增强硬质聚氨酯泡沫材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及粉煤灰微珠的表面改性,主要是利用化学偶联剂进行表面处理,提高粉煤灰微珠的化学活性,增加与高聚物树脂基体的相容性,及利用改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料,制备出一种轻质、高强、价格低廉的改性粉煤灰增强硬质聚氨酯泡沫材料。

背景技术

[0002] 聚氨酯全称为聚氨基甲酸酯,是主链上含有重复氨基甲酸酯基团的大分子化合物的统称。它是由有机异氰酸酯或多异氰酸酯与二羟基或多羟基化合物加聚而成。聚氨酯大分子中除了氨基甲酸酯外,还可以含有醚、酯、脲、缩二脲、脲基甲酸酯等基团。聚氨酯泡沫是通过混合液态的化学原材料——多元醇和异氰酸酯而形成的并以一种低沸点的液体作为发泡剂。组合多元醇和异氰酸酯混合后立即会有一个放热化学反应,发泡剂因反应热而开始气化,发泡剂气化后留在泡孔中,这在泡沫的绝热性能中起决定性作用。发泡剂有化学发泡剂和物理发泡剂。化学发泡剂如异氰酸酯和水反应产生的二氧化碳,物理发泡剂如液体发泡剂——在环境温度下是液体,发泡时受热气化,如碳氢化合物、1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)、1,1,1,3,3-五氟丁烷(HFC-365mfc),低沸点发泡剂——在环境温度下是气体,如1,1,1,2-四氟乙烷(HFC-134a)等。当气体浓度增加到超过某平衡饱和浓度后,溶液中即开始形成微细的气泡,造成体积迅速膨胀并最终生成一种水不溶的,有一定强度的凝胶体。聚氨酯材料具有物理和化学性能优异、易维护保养、弹性好、强度高、软硬可调、耐冲击、耐磨损、耐低温、无毒无污染、防震隔音、经久耐用、品种齐全等优点而被广泛用做涂料、胶粘剂、建筑材料、铺筑材料等。无机粉状填充物添加到聚氨酯体系中,不仅能有效降低成本,还可以使材料的某些性能得到很好的改善和提高。

[0003] 粉煤灰是一种大小不等,形状不规则的粒状体,主要由硅铝玻璃、微晶矿物微珠和未燃尽的残炭微粒所组成。我国燃烧用煤含灰分较高,所以排出的粉煤灰量很大。大量的粉煤灰如不加以处理,会产生扬尘,污染大气,对人体健康危害很大;排入河道水系会造成河流淤塞,污染水质,粉煤灰渗水使地下水产生不同程度的污染,因此粉煤灰的处理和利用问题已成为我国环境保护与再生资源开发领域的一个重要课题。但是目前粉煤灰的综合应用还主要集中在建筑和道路工程等方面,且利用率不到40%,而欧美国家的粉煤灰利用率已达到了70%-80%,如何加大粉煤灰的利用率、开发粉煤灰的其他应用途径尤其是高附加值的应用已成为当务之急。

[0004] 粉煤灰微珠经过表面改性后,与高分子聚合物的相容性得到明显改善,一方面树脂与粉煤灰微珠间的界面张力降低,另一方面加大了树脂分子间的距离,降低了聚合物分子间的范德华力,所以当材料受到冲击时,裂纹与应力集中减少,使得破坏需要更大的能量;同时,由于材料的韧性增加,使材料在冲击力下有微小变形缓冲过程,能量被吸收、分散,减小了内部的微裂纹和应力集中减少,使抗缺口冲击性能得到提高。尤其是经适当偶联剂处理后的粉煤灰填充到聚合物中,两者几乎没有相的分离,结合更紧密,能形成缠绕覆盖

的近似交联的链网状结构,材料的性能得到明显的改善。

发明内容

[0005] 本发明的目的之一是提供一种粉煤灰表面改性处理方法,选择两种或两种以上的无机酸酯类偶联剂进行复配,取代传统的有机硅烷偶联剂,达到降低成本、提高粉煤灰表面处理效果的目的。

[0006] 本发明的另一目的是将改性后的粉煤灰微珠添加到聚氨酯硬质泡沫材料中,通过优化树脂体系各组分用量调解粘度及固化时间,实现粉煤灰在树脂体系中的添加量达到20%以上(质量分数)。

[0007] 本发明的目的是通过下述技术方案来实现的。

[0008] 一种改性粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫材料,包括下述质量比的原料:

[0009] 聚醚多元醇 80-120 份;

[0010] 异氰酸酯 60-150 份;

[0011] 改性粉煤灰微珠 20-80 份;

[0012] 发泡剂 3-20 份;

[0013] 泡沫稳定剂 0.2-5 份;

[0014] 催化剂 1 0.01-2 份;

[0015] 催化剂 2 0.01-2 份。

[0016] 进一步地,所述改性粉煤灰微珠为粉煤灰经与复合偶联剂活化处理、烘烤筛选分离出的粉煤灰微珠。

[0017] 进一步地,所述异氰酸酯为甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯或多亚甲基多苯基异氰酸酯中的一种或多种的组合物;

[0018] 所述发泡剂是无氯氢氟烃类(HFC):1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)、1,1,1,3,3-五氟丁烷(HFC-365mfc),或正戊烷;

[0019] 所述泡沫稳定剂是有机硅油类化合物:二甲基硅油;

[0020] 所述催化剂 1 是四甲基乙二胺、三乙醇胺、三亚乙基二胺、N,N-二甲基环己胺中的一种或多种组合物;

[0021] 所述催化剂 2 是二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、硫醇二丁锡或二醋酸二丁基锡中的一种或多种组合物。

[0022] 相应地,本发明给出了基于上述改性粉煤灰微珠增强硬质聚氨酯泡沫材料的制备方法,该方法包括下述步骤:

[0023] 1) 用电动搅拌器将聚醚多元醇、发泡剂、泡沫稳定剂、催化剂和改性粉煤灰微珠按一定质量比的配比在容器中充分搅拌均匀;

[0024] 2) 待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的异氰酸酯,快速搅拌均匀后得到预混物;

[0025] 3) 将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,经保压后脱模,即制得粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫。

[0026] 相应地,本发明还给出了上述改性粉煤灰微珠的制备方法,包括下述步骤:

[0027] 1) 将粉煤灰进行筛分分选;

[0028] 2) 将粉煤灰放置在烘箱中加热至 100-150℃, 充分烘干;

[0029] 3) 将烘干的粉煤灰倒入高速混合机中, 复合偶联剂溶液按比例分批加入, 高速搅拌混合活化处理, 控温在 100 ~ 130℃ 下烘烤, 然后经过筛选分理出的粒径在 200 目以下分散均匀的粉煤灰微珠。

[0030] 进一步地, 所述粉煤灰与复合偶联剂溶液按照质量比为 100 : 10-15 份的比例分批加入。

[0031] 相应地, 本发明进而给出了上述复合偶联剂的制备方法, 包括下述步骤:

[0032] 按照质量比将 0-50 份钛酸酯、0-20 份铝酸酯、0-30 份磷酸酯、0-20 份硼酸酯类偶联剂的两种或多种配置于容器中, 加入稀释剂 50-70 份异丙醇, 搅拌 10-30min 即得。

[0033] 进一步地, 所述钛酸酯为二辛基磷酸酰氧基钛酸酯(NDZ-101)或二(二辛基焦磷酸酰氧基)乙撑钛酸酯(NDZ-311)中的一种或多种;

[0034] 所述铝酸酯偶联剂为二硬脂酰氧异丙基铝酸酯(SG-A1821);

[0035] 所述磷酸酯偶联剂为 DN-27;

[0036] 所述硼酸酯类偶联剂为 PRA-101。

[0037] 本发明所述的改性粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫材料可用于道路、桥梁、建筑、化工设备、防护、采矿等领域。

[0038] 本发明的特点在于:

[0039] 1、利用复合有机酸酯偶联剂对粉煤灰微珠进行改性处理, 取代传统的有机硅烷偶联剂, 达到降低成本、提高粉煤灰表面处理效果的目的。

[0040] 2、采用改性粉煤灰填充硬质聚氨酯泡沫材料, 可以有效改善聚氨酯泡沫材料的力学性能和耐热性能, 降低了生产成本, 并实现了粉煤灰的有效利用, 是绿色环保的新材料制备路径, 并能够给社会带来了巨大的经济效益。

具体实施方式

[0041] 下面通过实施例对本发明做进一步详细说明。但是所述实例并不构成对本发明的限制。

[0042] 首先, 制备复合偶联剂, 包括下述步骤:

[0043] 按照质量比将 0-50 份钛酸酯、0-20 份铝酸酯、0-30 份磷酸酯、0-20 份硼酸酯类偶联剂的两种或多种配置于容器中, 加入稀释剂 50-70 份异丙醇, 搅拌 10-30min 即得复合偶联剂。

[0044] 其中, 钛酸酯为二辛基磷酸酰氧基钛酸酯(NDZ-101)或二(二辛基焦磷酸酰氧基)乙撑钛酸酯(NDZ-311)中的一种或多种; 所述铝酸酯偶联剂为二硬脂酰氧异丙基铝酸酯(SG-A1821); 所述磷酸酯偶联剂为 DN-27; 所述硼酸酯类偶联剂为 PRA-101。

[0045] 其次, 制备改性粉煤灰微珠, 包括下述步骤:

[0046] 1) 将粉煤灰进行筛分分选;

[0047] 2) 将粉煤灰放置在烘箱中加热至 100-150℃, 充分烘干;

[0048] 3) 将烘干的粉煤灰倒入高速混合机中, 复合偶联剂溶液按按照质量比为 100 : 10-15 份的比例分批加入, 高速搅拌混合活化处理 10-20min, 控温在 100 ~ 130℃ 下烘烤 1-1.5h, 经过筛选分理出的粒径在 200 目以下分散均匀的粉煤灰微珠。

[0049] 第三,利用改性粉煤灰增强硬质聚氨酯泡沫材料,通过下述步骤制备:

[0050] 1)用电动搅拌器将质量比为 80-120 份聚醚多元醇、3-20 份发泡剂、0.2-5 份泡沫稳定剂、0.01-2 份催化剂 1、0.01-2 份催化剂 2 和 20-80 份改性粉煤灰微珠在容器中充分搅拌均匀;

[0051] 2)待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入 60-150 份的异氰酸酯,快速搅拌均匀后得到预混物;

[0052] 3)将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压 20min 后脱模,即制得粉煤灰增强的硬质聚氨酯泡沫。

[0053] 其中,异氰酸酯为甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯或多亚甲基多苯基异氰酸酯中的一种或多种的组合物;所述发泡剂是无氯氢氟烃类(HFC):1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)、1,1,1,3,3-五氟丁烷(HFC-365mfc),或正戊烷;所述泡沫稳定剂是有机硅油类化合物:二甲基硅油;所述催化剂 1 是四甲基乙二胺、三乙醇胺、三亚乙基二胺、N,N-二甲基环己胺中的一种或多种组合物;所述催化剂 2 是二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、硫醇二丁锡或二醋酸二丁基锡中的一种或多种组合物。

[0054] 下面通过具体实施例进一步说明本发明。

[0055] 实施例 1

[0056] 制备改性粉煤灰过程

[0057] 将钛酸酯偶联剂:二辛基磷酸酰氧基钛酸酯(NDZ-101)、二(二辛基焦磷酸酰氧基)乙撑钛酸酯(NDZ-311)、异丙醇按照 20:30:50 的质量比进行混合,搅拌 20min,制备得到复合偶联剂溶液。将粉煤灰过筛筛选出 200 目以下组分放入干燥箱,在 120℃下烘干 2h;接着把烘干后的粉煤灰放到高速混合机内,把复合偶联剂溶液喷入 1000r/min 的高速转动体系中,活化 15min,最后在烘箱中 100℃下烘烤 1h,脱去溶剂,即可得改性粉煤灰微珠。

[0058] 在上述制备改性粉煤灰过程中,粉煤灰与复合偶联剂溶液按照下述质量比配制:

[0059] 粉煤灰 100 份;

[0060] 复合偶联剂溶液 10 份。

[0061] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料制备过程

[0062] 用电动搅拌器将聚醚多元醇、1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa)、二甲基硅油、三乙醇胺、二月桂酸二丁基锡和改性粉煤灰微珠按一定配比在烧杯中充分搅拌均匀,待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI),再经快速搅拌 10s 后将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压 20min 后脱模,制得粉煤灰增强聚氨酯硬质泡沫塑料。

[0063] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料配比如下:

[0064] 聚醚多元醇(羟值 $450 \pm 10\text{mgKOH/g}$) 100 份;

[0065] 二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI) 100 份;

[0066] 改性粉煤灰微珠 20 份;

[0067] 二甲基硅油(JF-201) 5 份;

[0068] 1,1,1,3,3-五氟丙烷(HFC-245fa) 10 份;

[0069] 三乙醇胺 0.3 份;

[0070] 二月桂酸二丁基锡 0.2 份;

[0071] 性能指标见表 1。

[0072] 实施例 2

[0073] 制备改性粉煤灰过程

[0074] 将钛酸酯偶联剂：二辛基磷酸酰氧基钛酸酯 (NDZ-101)、铝酸酯偶联剂：二硬脂酰氧异丙基铝酸酯 (SG-A1821)、异丙醇按照 20:20:60 的质量比进行混合,搅拌 15min,制备得到复合偶联剂溶液。将粉煤灰过筛筛选出 200 目以下组分放入干燥箱,在 110℃ 下烘干 3h;接着把烘干后的粉煤灰放到高速混合机内,把复合偶联剂溶液喷入 1200r/min 的高速转动体系中,处理 20min,最后在烘箱中 100℃ 下烘烤 1.5h,脱去溶剂,即可得改性粉煤灰微珠。

[0075] 在上述制备改性粉煤灰过程中,粉煤灰与复合偶联剂溶液按照下述质量比配制:

[0076] 粉煤灰 100 份;

[0077] 复合偶联剂溶液 12 份;

[0078] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料制备过程

[0079] 用电动搅拌器将聚醚多元醇、正戊烷、二甲基硅油、N,N-二甲基环己胺、辛酸亚锡和改性粉煤灰微珠按一定配比在烧杯中充分搅拌均匀,待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的多亚甲基多苯基异氰酸酯(PAPI),再经快速搅拌 15s 后将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压 20min 后脱模,制得粉煤灰增强聚氨酯硬质泡沫塑料。

[0080] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料配比如下:

[0081] 聚醚多元醇(羟值 $450 \pm 10\text{mgKOH/g}$) 90 份;

[0082] 多亚甲基多苯基异氰酸酯(PAPI) 150 份;

[0083] 改性粉煤灰微珠 80 份;

[0084] 二甲基硅油(JF-201) 2 份;

[0085] 正戊烷 10 份;

[0086] N,N-二甲基环己胺 0.2 份;

[0087] 辛酸亚锡 0.2 份;

[0088] 性能指标见表 1。

[0089] 实施例 3

[0090] 制备改性粉煤灰过程:

[0091] 将钛酸酯偶联剂：二辛基磷酸酰氧基钛酸酯 (NDZ-101)、磷酸酯偶联剂 DN-27、异丙醇按照 10:20:70 的质量比进行混合,搅拌 10min,制备得到复合偶联剂溶液。将粉煤灰过筛筛选出 200 目以下组分放入干燥箱,在 100℃ 下烘干 2h;接着把烘干后的粉煤灰放到高速混合机内,把复合偶联剂溶液喷入 1500r/min 的高速转动体系中,活化 10min,最后在烘箱中 120℃ 下烘烤 1h,脱去溶剂,即可得改性粉煤灰微珠。

[0092] 在上述制备改性粉煤灰过程中,粉煤灰与复合偶联剂溶液按照下述质量比配制:

[0093] 粉煤灰 100 份;

[0094] 复合偶联剂溶液 15 份;

[0095] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料制备过程:

[0096] 用电动搅拌器将聚醚多元醇、1,1,1,3,3-五氟丙烷 (HFC-245fa)、1,1,1,3,3-五氟丁烷 (HFC-365mfc)、二甲基硅油、四甲基乙二胺、辛酸亚锡和改性粉煤灰微珠按一定配比

在烧杯中充分搅拌均匀,待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI),再经快速搅拌 5s 后将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压 20min 后脱模,制得粉煤灰增强聚氨酯硬质泡沫塑料。

[0097] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料配比如下:

[0098] 聚醚多元醇(羟值 $450 \pm 10\text{mgKOH/g}$) 80 份;

[0099] 二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI) 110 份;

[0100] 改性粉煤灰微珠 35 份;

[0101] 二甲基硅油(JF-201) 3 份;

[0102] 1, 1, 1, 3, 3- 五氟丁烷(HFC-365mfc) 10 份;

[0103] 1, 1, 1, 3, 3- 五氟丙烷(HFC-245fa) 5 份;

[0104] 四甲基乙二胺 2 份;

[0105] 辛酸亚锡 2 份;

[0106] 性能指标见表 1。

[0107] 实施例 4

[0108] 制备改性粉煤灰过程

[0109] 将硼酸酯偶联剂 PRA-101、磷酸酯偶联剂 DN-27、异丙醇按照 20:30:50 的质量比进行混合,搅拌 30min,制备得到复合偶联剂溶液。将粉煤灰过筛筛选出 200 目以下组分放入干燥箱,在 150°C 下烘干 2h;接着把烘干后的粉煤灰放到高速混合机内,把复合偶联剂溶液喷入 1000r/min 的高速转动体系中,活化 15min,最后在烘箱中 130°C 下烘烤 1h,脱去溶剂,即可得改性粉煤灰微珠。

[0110] 在上述制备改性粉煤灰过程中,粉煤灰与复合偶联剂溶液按照下述质量比配制:

[0111] 粉煤灰 100 份;

[0112] 复合偶联剂溶液 12 份;

[0113] 改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料制备过程

[0114] 用电动搅拌器将聚醚多元醇、1, 1, 1, 3, 3- 五氟丁烷(HFC-365mfc)、二甲基硅油、三乙醇胺、二月桂酸二丁基锡和改性粉煤灰微珠按一定配比在烧杯中充分搅拌均匀,待粉煤灰微珠在溶液中分散均匀后加入一定配比的甲苯二异氰酸酯(TDI),再经快速搅拌 20s 后将预混物浇注到已准备好的模具中于室温下发泡,固化成型,保压 20min 后脱模,制得粉煤灰增强聚氨酯硬质泡沫塑料。

[0115] 上述方法中,改性粉煤灰填充聚氨酯泡沫材料配比如下:

[0116] 聚醚多元醇(羟值 $450 \pm 10\text{mgKOH/g}$) 120 份;

[0117] 甲苯二异氰酸酯(TDI) 60 份;

[0118] 改性粉煤灰微珠 45 份;

[0119] 二甲基硅油(JF-201) 0.2 份;

[0120] 1, 1, 1, 3, 3- 五氟丁烷(HFC-365mfc) 20 份;

[0121] 三亚乙基二胺 0.01 份;

[0122] 硫醇二丁锡 0.01 份;

[0123] 上述实施例性能指标见表 1。

[0124] 下面通过对比比例与本发明硬质聚氨酯泡沫材料制备方法作出对比。

- [0125] 对比例 1：
- [0126] 采用下述质量比的原料配制硬质聚氨酯泡沫材料：
- [0127] 聚醚多元醇(羟值 $450 \pm 10 \text{mgKOH/g}$) 100 份；
- [0128] 二苯基甲烷二异氰酸酯(MDI) 100 份；
- [0129] 未改性粉煤灰微珠(200 目以下) 30 份；
- [0130] 1, 1, 1, 3, 3- 五氟丙烷 (HFC-245fa) 10 份；
- [0131] 二甲基硅油(JF-201) 3 份；
- [0132] 三乙醇胺 0.3 份；
- [0133] 二月桂酸二丁基锡 0.2 份；
- [0134] 对比例与本发明实施例性能指标见表 1。
- [0135] 表 1 硬质聚氨酯泡沫性能指标
- [0136]

性能指标	压缩强度 /MPa	压缩模量 /MPa	热分解温度 /℃
实施例 1	6.8	239	259
实施例 2	6.4	221	264
实施例 3	5.9	273	269
实施例 4	6.7	243	267
对比例	5.1	195	255

[0137] 从本发明与现有硬质聚氨酯泡沫制备对比可看出,本发明硬质聚氨酯泡沫的压缩强度和压缩模量有了明显的提高,因此该泡沫材料的压缩性能得到了显著地提高;并且本发明材料的热分解温度明显提高,因而该硬质聚氨酯泡沫材料的热稳定性得到了大幅度的提升。

[0138] 以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明所作的进一步详细说明,不能认定本发明的具体实施方式仅限于此,对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干简单的推演或替换,都应当视为属于本发明由所提交的权利要求书确定专利保护范围。