



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102888020 A

(43) 申请公布日 2013. 01. 23

(21) 申请号 201210356030. 7

(22) 申请日 2012. 09. 24

(71) 申请人 陈旭

地址 413101 湖南省益阳市沅江市竹莲乡南
竹山村二村民组号

(72) 发明人 陈旭

(51) Int. Cl.

C08K 9/04 (2006. 01)

C08K 9/06 (2006. 01)

C08K 3/22 (2006. 01)

C08L 23/08 (2006. 01)

C08L 31/04 (2006. 01)

C09C 1/02 (2006. 01)

C09C 3/08 (2006. 01)

C09C 3/12 (2006. 01)

C09C 3/04 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种水镁石无机阻燃剂的制备方法

(57) 摘要

一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其步骤是将水镁石矿粉加水和分散剂调浆,打浆至超细磨中,研磨一段时间后放浆至搅拌桶,加水调浆;加入 KH-550 进行湿法改性;干燥改性,在干燥时加入钛酸酯偶联剂和硬脂酸。本方法对水镁石通过湿法和干法复合改性来改善表面的化学活性,可增强水镁石无机阻燃剂与基本树脂的相互作用,广泛用于低烟低卤和无烟无卤塑料等领域。

1. 一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 称取一定重量的水镁石矿粉,加水和分散剂调浆,打浆至超细磨中,研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=1 \sim 5 \mu\text{m}$ 后,放浆至搅拌桶,加水调浆至浓度为 30% ~ 50% (质量分数);

(2) 按水镁石矿粉重量 0.4% ~ 0.8% 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 30 ~ 120 分钟,反应完全后对矿浆进行过滤;

(3) 进行干燥改性,在干燥机温度为 100 ~ 180°C 的区间加入钛酸酯偶联剂和硬脂酸,其中钛酸酯偶联剂用量为水镁石矿粉重量的 0.3% ~ 1.0%,硬脂酸用量为水镁石矿粉重量的 0.8% ~ 1.5%。

2. 根据权利要求 1 所述的一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其特征在于,所述步骤 (2) 中过滤矿浆后,还对矿浆进行洗涤。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其特征在于,所述的钛酸酯偶联剂为钛酸酯偶联剂 TMC-TTS、钛酸酯偶联剂 HC-131、钛酸酯偶联剂 L-4。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其特征在于,所述的分散剂为六偏磷酸钠。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种水镁石无机阻燃剂的制备方法,其特征在于,所述的水镁石矿粉氧化镁含量大于 65%。

一种水镁石无机阻燃剂的制备方法

[0001] 技术领域：

本发明涉及一种水镁石无机阻燃剂的制备方法，特别是涉及一种硅烷偶联剂湿法和钛酸酯偶联剂、硬脂酸干法复合改性水镁石无机阻燃剂的制备方法。

[0002] 背景技术：

水镁石的主要成份为氢氧化镁，它是自然界中产出的一种含镁量较高的矿物。它可以用作聚合物材料的阻燃剂，在应用时依靠化学分解吸热以及释放出的水而起到阻燃作用，具有无毒性、不腐蚀加工机械、分解后生成的氧化镁化学性质稳定的优点，因此它是一种不可多得的绿色环保阻燃剂，近年来已经成为阻燃剂产业中发展较快的品种。但水镁石用作阻燃剂又存在以下缺点：水镁石矿物为片状或纤维状矿物，比表面积大，制得的高分子材料加工时熔融指数低，物料流动性差，影响加工性能，表面粗糙。外观很差；表面极性太强，亲水疏油，与有机材料的相容性差；阻燃效率低，必须大量加入才能显现阻燃效果。因此以上缺点使材料的力学性能和加工性能等严重恶化。

[0003] 水镁石作阻燃剂，矿物表面改性是重要环节。矿物表面改性是矿物与高分子之间的架桥工程，使矿物与高聚物间形成物理化学反应，从而改善复合材料的机械加工性能和力学性能，改善使用效果。对水镁石的处理主要是通过对水镁石进行干法超细粉碎，制得超细水镁石粉，然后再用高速混合机添加表面活性剂进行粉体表面改性，微粉在混合机浆叶搅拌、摩擦作用下，微粉粒子之间的引力促使产生强烈的团聚，这时加入表面改性剂，仅在团聚粒子表面包覆了改性剂，而团聚粒子内的小粒子却未得到改性，即改性不完全，而且改性后的粉体不再是超细粉体。目前单用或双用偶联剂作水镁石阻燃剂改性剂是常用的方法，但是这样改性出的产品用于复合材料中，力学性能还不能够得到满足。

[0004]

发明内容：

为解决水镁石改性效果差和改性后产品应用效果差的问题，本发明公开了一种水镁石湿法超细后进行湿法表面改性处理和干燥时进行干法表面改性处理，并使用三种不同改性药剂的协同复配改性工艺。

[0005] 在湿法超细过程中加入分散剂，调节矿浆的流变学性质和矿粒的表面电性，降低矿浆的粘度，促进颗粒的分散；超细后加水调浆至合适改性浓度，再加入 KH-550（ γ -氨基三乙氧基硅烷），将粉体进行湿法表面改性；再对湿法改性后的矿浆进行气流干燥，在干燥的同时采用钛酸酯偶联剂、硬脂酸复配改性。这种湿法改性和干燥复配改性一体化的处理方法具有改性效果好，制备出的氢氧化镁阻燃剂能满足 PVC、EVA、PE、EPDM 等各类高分子材料的应用要求，特别是应用在 EVA 中，挤出过程中明显的出料快，工艺条件好，作出的产品拉伸率大，氧指数高，制备的复合材料产品性能指标达到国家标准，具有广阔的实用价值。

[0006] 一种水镁石无机阻燃剂的制备方法，包括以下步骤：

(1) 超细：称取一定重量的水镁石矿粉，加水和分散剂调浆，打浆至超细磨中，研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=1 \sim 5 \mu\text{m}$ 后，放浆至搅拌桶，加水调浆至浓度为 30% ~ 50%（质量分数）；

(2)湿法改性:按水镁石矿粉重量 0.4%~0.8% 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 30~120 分钟,反应完全后对矿浆进行过滤;

(3)干燥改性:在干燥机温度为 100~180℃ 的区间加入矿粉重量 0.4%~0.8% 的钛酸酯偶联剂和矿粉重量 0.8%~1.5% 的硬脂酸。

[0007] 在上述步骤(2)中过滤矿浆后,再对矿浆进行洗涤,这样改性后产品应用效果更好,主要原因是少量残留的分散剂对高分子材料的伸长率和电导率有一定影响。

[0008] 所述的钛酸酯偶联剂优选为钛酸酯偶联剂 TMC-TTS、钛酸酯偶联剂 HC-131、钛酸酯偶联剂 L-4。

[0009] 所述的分散剂优选为六偏磷酸钠,它具有优异的分散性,容易洗涤,对后续干法改性影响较小。

[0010] 所述的水镁石矿粉中氧化镁含量大于 65%。

[0011] 本发明的优点与效果是:

1、采用 KH-550 硅烷偶联剂、钛酸酯偶联剂和硬脂酸三种改性剂复配改性水镁石,大幅度提高水镁石在聚合物材料中的分散性和相容性,改善阻燃材料的机械性能;

2、先在湿法条件下进行改性,反应更充分,再在干燥的同时对其进行改性,实现了干燥、改性一体化,避免了常见干法改性的二次团聚;

3、对湿法改性后的矿浆进行洗涤,这样改性后产品应用效果更好;

4、改性水镁石产品添加到 EVA 中(每 100 份树脂加入 150 份改性水镁石),强度大于 11 Mpa,断裂伸长率大于 150%,氧指数大于 32s,应用效果显著。

[0012] 具体实施方式:

下面将结合具体实施方式对本发明做进一步说明。

[0013] 实施例 1:称取 1000kg 的 1250 目水镁石矿粉(MgO 含量 65.8%),加 1000kg 水和 7kg 六偏磷酸钠调浆,打浆至超细磨中,研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=1.1\mu\text{m}$ 后,放浆至搅拌桶,加 2333kg 水调浆至浓度为 30% (质量分数);加入 8kg 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 120 分钟;对矿浆进行过滤、洗涤;干燥改性,在气流干燥机温度为 160~180℃ 的区间喷雾加入 8kg 的钛酸酯偶联剂 HC-131 (安徽弘昌塑料助剂有限公司生产)和矿粉重量 12kg 的硬脂酸。

[0014] 实施例 2:称取 1000kg 的 325 目水镁石矿粉(MgO 含量 65.8%),加 667kg 水和 5kg DC 分散剂调浆,打浆至超细磨中,研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=4.8\mu\text{m}$ 后,放浆至搅拌桶,加 553kg 水调浆至浓度为 45% (质量分数);加入 6kg 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 120 分钟;对矿浆进行压滤;干燥改性,在气流干燥机温度为 120~140℃ 的区间喷雾加入 4kg 的钛酸酯偶联剂 L-4 (重庆嘉世泰化工有限公司生产)和矿粉重量 8kg 的硬脂酸。

[0015] 实施例 3:称取 1000kg 的 1250 目水镁石矿粉(MgO 含量 66.0%),加 667kg 水和 6kg 六偏磷酸钠调浆,打浆至超细磨中,研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=2.6\mu\text{m}$ 后,放浆至搅拌桶,加 833kg 水调浆至浓度为 40% (质量分数);加入 4kg 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 30 分钟;对矿浆进行过滤、洗涤;干燥改性,在气流干燥机温度为 140~160℃ 的区间喷雾加入 6kg 的钛酸酯偶联剂 TMC-TTS (安徽省天长市绿色化工助剂厂生产)和矿粉重量 10kg 的硬脂酸。

[0016] 实施例 4:称取 1000kg 的 1250 目水镁石矿粉(MgO 含量 65.8%),加 1000kg 水和 7kg 六偏磷酸钠调浆,打浆至超细磨中,研磨至矿浆平均粒径 $D_{50}=2.1 \mu\text{m}$ 后,放浆至搅拌桶,加 2333kg 水调浆至浓度为 30% (质量分数);加入 6kg 的 KH-550 硅烷偶联剂加入到搅拌桶中,搅拌反应 60 分钟;对矿浆进行过滤、洗涤;干燥改性,在气流干燥机温度为 $100 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 的区间喷雾加入 6kg 的钛酸酯偶联剂 L-4(重庆嘉世泰化工有限公司生产)和矿粉重量 10kg 的硬脂酸。

[0017] 将各实施例的产品用于 EVA 中(配方:树脂 100 份,复合改性水镁石粉 150 份),塑料主要性能参数的拉伸强度、断裂伸长率、氧指数,测试结果见表 1。

[0018]

(表 1)

	拉伸强度 (Mpa)	断裂伸长率 (%)	氧指数 (s)
实施例 1	11.70	182	33
实施例 2	11.21	167	32
实施例 3	11.35	168	32
实施例 4	11.30	172	32

注: 上述各指标的测试方法说明:

1、拉伸强度的检测方法: GB/T 1040.1-2006《塑料 拉伸性能试验方法 第 1 部分: 总则》; GB/T 1040.2-2006《塑料 拉伸性能试验方法 第 2 部分: 模塑和挤塑塑料的试验条件》;

2、断裂伸长率的计算方法: 试样在拉断时的位移值与原长的比值;

3、氧指数检测标准: GB/T 2406.1-2008《塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 1 部分: 导则》。

本发明描述的上述实施例仅是为了清楚的说明本发明的技术方案,而不能理解为对本发明作出任何限制。本发明在本技术领域具有公知的多种替代或者变形,在不脱离本发明实质意义的前提下,均落入本发明的保护范围。