



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102558913 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 11

(21) 申请号 201110452763. 6 *C08F 292/00* (2006. 01)

(22) 申请日 2011. 12. 30 *C08L 23/12* (2006. 01)

(71) 申请人 大连亚泰科技新材料有限公司 *C08L 23/08* (2006. 01)

地址 116023 辽宁省大连市中山路 588-3 号 *C08L 31/04* (2006. 01)

2 单元 27 层

(72) 发明人 孙忠祥

(74) 专利代理机构 大连八方知识产权代理有限公司 21226

代理人 朱秀芬

(51) Int. Cl.

*C09C 1/02* (2006. 01)

*C09C 3/10* (2006. 01)

*C09C 3/12* (2006. 01)

*C09C 3/04* (2006. 01)

*C09C 3/08* (2006. 01)

*C08K 9/10* (2006. 01)

*C08K 3/22* (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法

(57) 摘要

水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,属于表面处理领域。处理的具体步骤是:(a)将天然水镁石进行预处理,包括筛选、干燥处理,并破碎至 3-5cm 粒料,并投入超细粉碎设备中。(b)将单体或预聚体、引发剂、活化剂、改性助剂等按比例先后装入喷雾计量装置中,喷入超细粉碎机内粒料表面。(c)控制反应温度 60-150℃,超细粉碎时间在 20-60min,制备得到本发明的原位聚合改性水镁石粉体阻燃剂。其有益效果是:解决了在 PE、PP、EVA、ABS 等材料中应用分散性及相容性差的技术瓶颈;其添加量比常规的处理方法提高了 10-20%,同时力学性能比常规改性方法提高 20%-30%。

1. 水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:处理的具体步骤是:

(a) 将天然水镁石进行预处理,包括筛选、干燥处理,并破碎至 3-5cm 粒料,并投入超细粉碎设备中;

(b) 将单体或预聚体、引发剂、活化剂、改性助剂等按比例先后装入喷雾计量装置中,喷入超细粉碎机内粒料表面;

(c) 控制反应温度 60-150°C,超细粉碎时间在 20-60min,制备得到本发明的原位聚合改性水镁石粉体阻燃剂。

2. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:各原料质量百分份数是:

水镁石	100 份
单体或预聚体	2-10 份
引发剂	0.02-1 份
活化剂	0.5-5 份
改性助剂	0-10 份
溶剂	适量。

3. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:所述超细粉碎设备是指机械磨或冲击磨,粉体粒度可在 1250-2500 目。

4. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:所述单体、预聚体是丙烯酸酯类,共聚苯乙烯型,丙烯腈型和马来酰亚胺型,四氟乙烯或四氟乙烯/共聚单体;引发剂选用马来酸酐、过氧化碳酸酯,过氧化酮,过氧化二酰基,有机过氧化氢和有机过氧化酯的基团。

5. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:所述活化剂选用有机硅类、稀土有机物、铝酸酯偶联剂、钛酸酯偶联剂、酸式亚磷酸酯偶联剂、铝/钛复合偶联剂、苯酚盐,无机酸盐,磺酸盐。

6. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:所述改性剂是有机硅类、稀土有机物、磷酸二苯酯、磷酸三苯酯、磷酸二苯甲苯酯、聚磷酸铵、磷酸间二苯酚二苯酯、三聚氰胺磷酸盐、苯基膦酸二甲酯、甲基膦酸二甲酯、五硼酸铵、偏硼酸钠、氟硼酸铵、偏硼酸钡、硼酸锌和包膜红磷中的一种或多种。

7. 根据权利要求 1 所述的水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:所述溶剂为丙酮、乙醇等中的一种或两种混合。

## 水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法

[0001] 技术领域 本发明涉及水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,属于表面处理领域。

[0002] 背景技术 水镁石粉作为塑胶的阻燃性填料,在生产无卤阻燃电缆料及其它功能性高分子无卤、无毒材料等方面具有良好的应用前景。由于阻燃效率不高,往往需要大量填充(高达150份以上)才能达到较好的阻燃效果,此时体系的力学性能大大下降,这就影响了其实际应用。水镁石常规表面处理工艺是干法改性,即经超细粉碎设备制得超细粉体,再通过高搅机或连续活化设备进行表面处理。主要原料:硅烷、硬脂酸、钛酸酯、铝酸酯等,中国专利200610039737.X公开了一种天然水镁石超细粉的表面改性方法及其应用,也是先对水镁石进行破碎、粉磨,采用复合偶联剂在连续是表面改性机上进行活化改性处理。国内现有的无机阻燃剂,大部分采用这种方法,在无机粉体表面处理技术上停留在干法混合,效果差。在应用技术与国外差距大,主要体现在无机粉体添加到有机合成材料中的分散性差,影响制品的机械性能。另外,中国专利95113046.3,中国专利01142497.4,中国专利01111506.8等,都公开了水镁石的超细粉碎和表面活化改性处理方法,但未见有关采用原位聚合法,在水镁石粉碎的过程中引入单体进行表面聚合,在水镁石细化的同时进行超细粉碎与表面活化处理。

[0003] 发明内容 鉴于已有技术存在的缺陷,本发明的目的是提供一种水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,尤其是提供了一种新的原位聚合改性水镁石粉体阻燃剂。

[0004] 为实现上述目的,本发明所采用的技术解决方案是:水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法,其特征是:各原料质量份数为:

水镁石	100份
单体或预聚体	2-10份
引发剂	0.02-1份
活化剂	0.5-5份
改性助剂	0-10份
溶剂	适量。

[0005] 处理的具体步骤是:

(a) 将天然水镁石进行预处理,包括筛选、干燥处理,并破碎至3-5cm粒料,并投入超细粉碎设备中。

[0006] (b) 将单体或预聚体、引发剂、活化剂、改性助剂等按比例先后装入喷雾计量装置中,喷入超细粉碎机内粒料表面。

[0007] (c) 控制反应温度60-150℃,超细粉碎时间在20-60min,制备得到本发明的原位聚合改性水镁石粉体阻燃剂。

[0008] 所述水镁石为天然水镁石,也称为氢氧化镁,主要成分是氢氧化镁,含量在94%以上。

[0009] 所述超细粉碎设备是指机械磨或冲击磨,粉体粒度可在1250-2500目。

[0010] 所述单体、预聚体是丙烯酸酯类,共聚苯乙烯型,丙烯腈型和马来酰亚胺型,四氟

乙烯或四氟乙烯 / 共聚单体 ; 引发剂选用马来酸酐、过氧化碳酸酯, 过氧化酮, 过氧化二酰基, 有机过氧化氢和有机过氧化酯的基团。

[0011] 所述活化剂选用有机硅类、稀土有机物、铝酸酯偶联剂、钛酸酯偶联剂、酸式亚磷酸酯偶联剂、铝 / 钛复合偶联剂、苯酚盐, 无机酸盐, 磺酸盐。

[0012] 所述改性剂是有机硅类、稀土有机物、磷酸二苯酯、磷酸三苯酯、磷酸二苯甲苯酯、聚磷酸铵、磷酸间二苯酚二苯酯、三聚氰胺磷酸盐、苯基磷酸二甲酯、甲基磷酸二甲酯、五硼酸铵、偏硼酸钠、氟硼酸铵、偏硼酸钡、硼酸锌和包膜红磷中的一种或多种。

[0013] 所述溶剂为丙酮、乙醇等中的一种或两种混合。

[0014] 水镁石细化过程中的原位聚合表面处理方法, 其有益效果是: 单体或预聚体含有极性基团, 与粉体间形呈垂直的偶联键结构, 同时单体、预聚体等在粉体表面发生聚合反应, 与粉体形成壳 - 核结构, 平行于分体表面展布, 水平垂直双重结构使得活化度大大提高, 表面包覆稳定性也大大提高; 而壳 - 核平行结构, 使表面相当光滑, 粉体非常易于流动, 大幅增加了粉体的填充量, 解决了在 PE、PP、EVA、ABS 等材料中应用分散性及相容性差的技术瓶颈; 其添加量比常规的处理方法提高了 10-20%, 同时力学性能比常规改性方法提高 20%-30%。

## 具体实施方式

[0015] 实施例 1:

(1) 原料预处理: 取水镁石为原料, 通过人工拣选或机器筛选得到含量高、白度好的天然水镁石矿, 白度在 90% 以上, 氢氧化镁含量为 94% 以上的天然水镁石; 并经过鄂破机破碎成 5-10cm 粒料;

(2) 粉碎改性处理: 向冲击磨中投入鄂破机破碎好的粒料 200KG, 开动粉碎机, 同时向喷雾计量装置中加入 12 KG 苯乙烯, 0.5 KG 过氧化苯甲酰, 30KG 乙醇, 搅拌均匀, 再依次加入 10KG 硅烷偶联剂, 3KG 磷酸三苯酯, 混合, 喷入冲击磨腔体内, 淋在粒料表面, 15min 内加完, 使水镁石粉温度保持在 90℃, 保温反应 40min, 然后出料, 制得原位聚合水镁石粉体阻燃剂。测得活化度可达到 95%, 粉体粒度达到 2500 目。

[0016] 将上述 2500 目阻燃剂粉体以 55% 比例与 EVA 混合, 注塑成标准样条, 测得氧指数达到 V1 级, 拉伸强度可达 14MPa, 断裂伸长率可达 25%。将上述 2500 目阻燃剂粉体以 65% 比例与 EVA 混合, 注塑成标准样条, 测得氧指数达到 V0 级, 拉伸强度可达 18MPa, 断裂伸长率可达 35%。

[0017] 实施例 2:

(1) 原料预处理: 同实施例 1;

(2) 粉碎改性处理: 向机械磨中投入鄂破机破碎好的粒料 200KG, 开动粉碎机, 同时向喷雾计量装置中加入 8 KG 丙烯腈, 8KG 马来酸酐, 0.4 KG 过氧化苯甲酰, 30KG 丙酮, 搅拌均匀, 再依次加入 5KG 硅烷偶联剂, 3KG 钛酸酯偶联剂, 3KG 硼酸锌, 混合成溶液, 喷入冲击磨腔体内, 淋在粒料表面, 20min 内加完, 使水镁石粉温度保持在 105℃, 保温反应 60min, 然后出料, 制得原位聚合水镁石粉体阻燃剂。测得活化度可达到 98%, 粉体粒度达到 2500 目。

[0018] 将上述 2500 目阻燃剂粉体以 55% 比例与 PP 混合, 注塑成标准样条, 测得氧指数达到 V1 级, 拉伸强度可达 20MPa, 断裂伸长率可达 33%。将上述 2500 目阻燃剂粉体以 65% 比

例与 PP 混合,注塑成标准样条,测得氧指数达到 V0 级,拉伸强度可达 31MPa,断裂伸长率可达 50%。