(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103373834 B
(45)授权公告日 2014.11.26

(21)申请号 201310280803.2
(22)申请日 2013.07.05
(73)专利权人 燕山大学
地址 066004 河北省秦皇岛市海港区河北大街西段438号
(72)发明人 宋来洲 周武元 王秀丽 左镇 霍静波 范兵利
(74)专利代理机构 秦皇岛市维信专利事务所 13102
代理人 鄂长林
(51)Int.Cl.
C04B 26/10(2006.01)
E04B 1/76(2006.01)
E04B 1/94(2006.01)
C04B 14/38(2006.01)

(56)对比文件
US 5597631 A,1997.01.28,
WO 9009272 A1,1990.08.23,
CN 101115789 A,2008.01.30,

审查员 赵楠

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

三氧化二铝-聚醚砜-硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开一种三氧化二铝-聚醚砜-硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法，所述方法以三氧化二铝粉、聚醚砜、聚乙烯吡咯烷酮、磷酸乙酯和二甲基亚砜为主要原料，配制三氧化二铝-聚醚砜-磷酸乙酯混合溶液，将市售硅酸铝陶瓷纤维用三氧化二铝-聚醚砜-磷酸乙酯混合溶液充分浸渍，之后用体积比为1:1的乙醇水溶液将三氧化二铝-聚醚砜-磷酸乙酯混合溶液浸渍后的三氧化二铝-聚醚砜-硅酸铝陶瓷纤维复合材料凝胶化，最后将其在烘箱中干燥中在110~120℃温度下干燥，自然冷却至室温，即得到三氧化二铝-聚醚砜-硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。本发明具有阻燃保温性能优良、操作简便等优点。

CN 103373834 B

1. 一种三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法，其特征是：所述方法包括以下步骤：

（1）三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液的配制：

①所用化学原料：

所用化学原料：二甲基亚砜、聚醚砜、聚乙烯吡咯烷酮、磷酸乙酯、三氧化二铝粉，其中，三氧化二铝粉的平均粒径为1.5μm，上述各原料用量有如下质量比例关系：

二甲基亚砜：聚醚砜：磷酸乙酯：聚乙烯吡咯烷酮：三氧化二铝粉 = 50：5~7：3：0.3~0.5：3~5；

②三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液的配制过程：

首先将50g的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至80~90℃，然后加入5~7g的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解；待聚醚砜完全溶解后再加入3g磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将0.3~0.5g的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在80~90℃之间；待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入3~5g三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡10~15min，使三氧化二铝粉末在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液；

（2）三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温材料的制备：

a. 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍；

b. 将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为1:1的乙醇水溶液中，30~60 s后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液；

c. 将除去残留乙醇水溶液的三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维材料置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为110~120℃，10h后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。

三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种阻燃保温材料的制备方法，尤其是涉及一种三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法。

背景技术

[0002] 自20世纪70年代起，欧美发达国家在建筑保温材料方面开展了卓有成效的工作，先后颁布了一系列建筑保温隔热标准和节能法规，限定了建筑保温材料热阻，并相应提高了建筑保温材料的防火要求。与欧美发达国家相比，中国建筑单位面积传热量高，保温材料阻燃保温性能差，建筑能耗大。

[0003] 目前，保温材料正朝着高效、节能、薄层、隔热、防水和阻燃的方向发展，大力发展新型保温材料使其符合结构保温节能要求，努力提高保温效率，降低生产成本；同时保温材料优良的阻燃隔热性能日益受到关注。中国墙体保温材料主要有加气混凝土、石膏板、石膏空心条板、纸面石膏板、空心砌块、空心砖，近年来又发展了多种轻质大板结构材料，如彩钢泡沫夹芯板、岩棉及玻璃夹芯板等。但这些材料价格高，防火等级差，易吸潮、吸湿和吸水，较难在工程建设中推广应用。常用的墙体无机保温材料有水泥膨胀珍珠岩、加气混凝土块、炉渣，但这些无机材料存在韧性小、耐化学试剂腐蚀性差的缺陷；墙体有机保温材料有聚苯乙烯、聚乙烯、聚氨酯泡沫、聚苯板、酚醛泡沫等，这些有机保温材料重量轻、可加工性好、保温隔热效果好，但其存在变形系数大、稳定性差、耐高温性能差、防火性能差、生态环保性差的缺点。专利CN102504520A提及了一种秸秆／溴碳聚氨酯阻燃复合保温材料及其制备方法，该材料虽然具有优良的保温性能，但以秸秆为主要原料，其阻燃性能欠佳，并且材料制作过程较为繁琐，不利于工程化推广和应用。专利CN 101831168A提及了一种喷涂型、高阻燃性能的聚氨酯硬泡外墙保温材料的制备方法，采用该技术制备的材料能有效起到保温阻燃的作用，但在喷涂工序中，存在对大气环境危害大的缺陷；并且以环氧氯丙烷作有机溶剂，对生产操作人员的神经系统存在潜在危害。因而，积极研发韧性好、质量轻、物理化学性能稳定、制备过程环境污染小、阻燃保温性能优良的新型无机－有机复合材料，是推进阻燃保温材料工程化应用的重要举措。

[0004] 硅酸铝陶瓷纤维是一种新型的环保保温材料，其收缩率低、耐高温氧化、物理化学性能稳定，对环境和人体无害，同时具有优良的隔音、耐水、防冻、阻燃等特性，硅酸铝陶瓷纤维用作建筑类阻燃保温材料已受到广泛关注。硅酸铝陶瓷纤维虽然具有优良的阻燃保温性能，但其纤维松散，故而其拉伸强度和弯曲强度差，继而限制了其应用。三氧化二铝是一种综合性能优良的陶瓷材料，其热稳定性好，耐化学试剂侵蚀。聚醚砜是一种综合性能优异的热塑性高分子材料，其物理化学性能稳定、耐常规化学试剂侵蚀，其强度大、韧性高、抗拉伸和弯曲、力学性能优良，此外其耐热性能优良。若采用浸涂和浸渍技术，将三氧化二铝粉和聚醚砜高聚物填充到硅酸铝陶瓷纤维中，并添加适量阻燃剂，制成一种无机－有机复合材料，该复合材料将兼有三氧化二铝、聚醚砜和硅酸铝陶瓷纤维材料的优异性能，继而将表

现出优良的阻燃和保温性能。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术的不足，本发明提供一种三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法。该发明的阻燃保温性能优良，并具有简单易行、操作简便的优点。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是：一种三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料的制备方法，所述方法包括如下步骤：

[0007] （1）三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液的配制：

[0008] ①所用化学原料：

[0009] 所用化学原料：二甲基亚砜、聚醚砜、聚乙烯吡咯烷酮、磷酸乙酯、三氧化二铝粉，其中，三氧化二铝粉的平均粒径为1.5μm，上述各原料用量有如下质量比例关系：

[0010] 二甲基亚砜：聚醚砜：磷酸乙酯：聚乙烯吡咯烷酮：三氧化二铝粉 = 50：5~7：3：0.3~0.5：3~5。

[0011] ②三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液的配制过程：

[0012] a. 上述各种化学试剂的加入顺序是：首先加入二甲基亚砜，然后加入聚醚砜和磷酸乙酯，待聚醚砜溶解并与磷酸乙酯充分混合后再加入聚乙烯吡咯烷酮，最后加入三氧化二铝粉。

[0013] b. 首先将50g的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至80~90℃，然后加入5~7g的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解；待聚醚砜完全溶解后再加入3g磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将0.3~0.5g的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在80~90℃之间；待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入3~5g三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡10~15min，使三氧化二铝粉末在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液。

[0014] （2）三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温材料的制备：

[0015] 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍，之后将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为1:1的乙醇水溶液中，30~60 s后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液，之后将其置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为110~120℃，10h后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。

[0016] 本发明的有益效果是：该发明制备的三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料其阻燃保温性能优良，并具有良好的硬度和韧性。同时还具有简单易行、操作简便、成本低廉等优点。

具体实施方式

[0017] 实施例 1

[0018] 将 50g 的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至 80℃，然后加入 5g 的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解。待聚醚砜完全溶解后再加入 3g 磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将 0.3g 的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在 80℃。待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入 3g 三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡 10 min，使三氧化二铝粉末在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液。

[0019] 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍。之后将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为 1:1 的乙醇水溶液中，30 s 后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液。之后将其置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为 110℃，10h 后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。

[0020] 实施例 2

[0021] 将 50g 的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至 83℃，然后加入 6g 的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解；待聚醚砜完全溶解后再加入 3g 磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将 0.3g 的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在 83℃。待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入 4g 三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡 10min，使三氧化二铝粉末在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液。

[0022] 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍。之后将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为 1:1 的乙醇水溶液中，45 s 后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液。之后将其置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为 114℃，10h 后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。

[0023] 实施例 3

[0024] 将 50g 的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至 87℃，然后加入 7g 的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解；待聚醚砜完全溶解后再加入 3g 磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将 0.5g 的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在 87℃。待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入 4g 三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡 15min，使三氧化二铝粉末

在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液。

[0025] 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍。之后将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为 1:1 的乙醇水溶液中，45 s 后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液。之后将其置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为 117℃，10h 后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。

[0026] 实施例 4

[0027] 将 50g 的二甲基亚砜溶剂倒入烧杯中，并将二甲基亚砜溶剂加热至 90℃，然后加入 7g 的聚醚砜，磁力搅拌使其充分溶解；待聚醚砜完全溶解后再加入 3g 磷酸乙酯，磁力搅拌使溶液充分混合，之后再将 0.5g 的聚乙烯吡咯烷酮加入到上述混合溶液中，磁力搅拌使聚乙烯吡咯烷酮粉末溶解，自聚醚砜加入开始到聚乙烯吡咯烷酮加入并完全溶解的整个过程中，混合溶液的温度保持在 90℃。待聚乙烯吡咯烷酮粉末完全溶解后再向混合溶液中加入 5g 三氧化二铝粉末，之后将混合溶液冷却至室温，并超声震荡 15min，使三氧化二铝粉末在混合溶液中充分分散，得到乳白色的浆液，即为三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液。

[0028] 首先将硅酸铝陶瓷纤维平铺在洁净的玻璃板上，然后将三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液均匀浸涂在硅酸铝陶瓷纤维上，并用玻璃棒轻轻推移上述混合溶液使陶瓷纤维被混合溶液充分浸渍。之后将被三氧化二铝－聚醚砜－磷酸乙酯混合溶液浸渍处理的硅酸铝陶瓷纤维浸泡在体积比为 1:1 的乙醇水溶液中，60 s 后将其从乙醇水溶液中取出并用干燥的滤纸去除残留的乙醇水溶液。之后将其置于烘箱中干燥，烘箱干燥温度为 120℃，10h 后将其从烘箱中取出并自然冷却至室温，即得三氧化二铝－聚醚砜－硅酸铝陶瓷纤维阻燃保温复合材料。