

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710045395.7

[51] Int. Cl.

*C08L 69/00 (2006.01)*

*C08K 5/541 (2006.01)*

*B29C 47/40 (2006.01)*

*B29C 47/92 (2006.01)*

*C08L 83/04 (2006.01)*

*C08K 5/42 (2006.01)*

[43] 公开日 2008 年 1 月 30 日

[11] 公开号 CN 101113236A

[22] 申请日 2007. 8. 30

[21] 申请号 200710045395.7

[71] 申请人 上海金发科技发展有限公司

地址 201714 上海市青浦区朱家角工业区康园路 88 号

共同申请人 广州金发科技股份有限公司

[72] 发明人 田征宇 吴晓辉 梁荣朗 李翰卿  
袁绍彦

[74] 专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司  
代理人 翁若莹

权利要求书 2 页 说明书 6 页

[54] 发明名称

一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂及其制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂及制备方法，本发明通过在 PC 中加入系列的增韧剂，阻燃剂，抗老化剂使 PC 达到阻燃效果。利用本发明提供的方法改性得到的 PC 可以达到 UL94 标准 V-0 级别。在本发明中采用无卤无磷的阻燃体系，可以使用较少的阻燃剂用量达到比较理想的阻燃性能，符合欧美市场的环保要求，同时能保持 PC 优良的力学性能，在市场上具有较大的推广价值。

1. 一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，它由下述重量配比的原料组成：PC类树脂 100，硅系阻燃剂 0.1-5，磺酸盐类阻燃剂 0.01-2，增韧剂 0-10，光热稳定剂 0.2-2，加工助剂 1-5。
2. 根据权利要求 1 所述的一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，所说的聚碳酸酯类树脂为双酚 A 型聚碳酸酯中的一种或其混合物，为 PC3030PJ/300-10，PC 300-10/200-10/141R 或 PC 300-22/EP30。
3. 根据权利要求 1 所述的一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，所说的阻燃剂为硅氧烷阻燃剂、磺酸盐型阻燃剂中的一种或其混合物，为 B-338 和 1125AC、X-40-9805 和 DC-558。
4. 根据权利要求 1 所述的一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，所说的光热稳定剂为 Irganox1010、Irganox168、Irganox1076 或 R69。
5. 根据权利要求 1 所述的一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，所说的加工助剂为硅油、白矿油、KH-550、KH-560、A-189、101 或 N-乙撑双硬脂酸酰胺。
6. 根据权利要求 1 所述的一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂的制备方法为：
  - A. 一步法：
    - 第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧剂、光热稳定剂、加工助剂；
    - 第二步、将上述材料在高速混合器中充分混合；
    - 第三步、然后用精密计量的送料装置将混合的原材料送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第四步、挤出，拉条，冷却，切粒，最后得到成品。

B. 或两步法：

第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧剂、光热稳定剂、加工助剂；

第二步、将 PC 树脂，10%~30%的阻燃剂和 40%—50%的加工助剂在高速搅拌下充分混合，然后用精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，得到一步料，采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260 ℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第三步、将 PC 树脂，一步料和余下的阻燃剂，增韧剂，光热稳定剂和加工助剂高速搅拌下充分混合，通过精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，最后包装为成品，采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260 ℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~ 270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

## 一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂及其制备方法

### 技术领域

本发明涉及一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂及其制备方法,属于高分子材料技术领域。

### 背景技术

聚碳酸酯(PC)是一种非晶型的热塑性工程塑料,学名 2, 2-双(4-羟基苯基)丙烷聚碳酸酯,最常用的是双酚 A 型聚碳酸酯。它与 ABS、POM、PA、PBT 及改性 PPO 一起被称为六大通用工程塑料。聚碳酸酯由于具有优异的综合性能,尤其以耐冲击强度高而被誉为塑料之“冠”。聚碳酸酯树脂的可见光透过率在 90%以上,并且具有优异的电绝缘性、延伸性、尺寸稳定性及耐化学腐蚀性,还有自熄、易增强阻燃性、无毒、卫生、易着色等优良性能。聚碳酸酯广泛应用于机械、汽车、航天航空、电子、电器、建筑、信息储存、农业、交通运输等各个领域。

聚碳酸酯的应用开发是向高复合、高性能、专用化、系列化方向发展,目前已推出了光盘、汽车、办公设备、箱体、包装、医药、照明、薄膜等多种产品各自专用的品级牌号。目前阻燃类聚碳酸酯主要用于电子电器领域。由于聚碳酸酯在较宽的温、湿度范围内具有良好而恒定的电绝缘性,是优良的绝缘材料。同时,其良好的难燃性和尺寸稳定性,使其在电子电器行业形成了广阔的应用领域。聚碳酸酯树脂主要用于生产各种食品加工机械,电动工具外壳、机体、支架、冰箱冷冻室抽屉和真空吸尘器零件等。而且对于零件精度要求较高的计算机、视频录像机和彩色电视机中的重要零部件方面,聚碳酸酯材料也显示出了极高的使用价值。

目前用来制备阻燃聚碳酸酯类树脂的阻燃剂有磷系阻燃剂,溴化聚碳,聚硅氧烷系列阻燃剂等。加入磷系阻燃剂时,要使聚碳酸酯能达到 V-0 级别,就要添加较多量的阻燃剂,会导致改性聚碳酸酯的耐热性能急剧下降,不适用于对耐热有一定要求的设备中如笔记本电源外壳等易发热的制件中;聚硅氧烷系列阻燃

剂主要是起协效阻燃作用，其本身的阻燃效果不大理想。

### 发明内容

本发明的目的是提供一种具有较高耐热温度的无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂及其制备方法。

为实现以上目的，本发明的技术方案是提供一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂，其特征在于，它由下述重量配比的原料组成：PC 类树脂 100，硅系阻燃剂 0.1-5，磺酸盐类阻燃剂 0.01-2，增韧剂 0-10，光热稳定剂 0.2-2，加工助剂 1-5。

所说的聚碳酸酯类树脂为双酚 A 型聚碳酸酯中的一种或其混合物，为 PC3030PJ/300-10，PC 300-10/200-10/141R 或 PC 300-22/EP30。

所说的阻燃剂为硅氧烷阻燃剂、磺酸盐型阻燃剂中的一种或其混合物为 B-338 和 1125AC、X-40-9805 和 DC-558。

所说的光热稳定剂为 Irganox1010、Irganox168、Irganox1076 或 R69。

所说的加工助剂为硅油、白矿油、KH-550、KH-560、A-189、101 或 N-乙撑双硬脂酸酰胺。

一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂的制备方法为：

#### A. 一步法：

第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧剂、光热稳定剂、加工助剂；

第二步、将上述材料在高速混合器中充分混合；

第三步、然后用精密计量的送料装置将混合的原材料送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100-600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~ 270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第四步、挤出，拉条，冷却，切粒，最后得到成品。

#### B. 或两步法：

第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧

剂、光热稳定剂、加工助剂；

第二步、将 PC 树脂(100 份)，10%~30%的阻燃剂和 40%—50%的加工助剂在高速搅拌下充分混合，然后用精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，得到一步料，采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100—600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为 一区 230℃~ 260 ℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第三步、将一步料和余下的阻燃剂，增韧剂，光热稳定剂和加工助剂高速搅拌下充分混合，通过精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，最后包装为成品。采用的双螺杆挤出设备的长径比至少为 32，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100—600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为 一区 230℃~ 260 ℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

本发明采用的阻燃剂能提高材料的耐燃性，增韧剂的加入可以提高材料的韧性，补充抽粒造成的材料韧性衰减，光稳定剂可以提高材料的抗老化性能，加工助剂能有效改善各组分分散性、减少有害磨擦；

本发明的优点是具有较高耐热温度，流程简单、连续、生产效率高、产品质量稳定。

### 具体实施方式

以下结合实施例对本发明作进一步说明。

#### 实施例

PC 类树脂选用不同粘度的 PC3030PJ/300-10，PC 300-10/200-10/141R，PC 300-22/EP30，通过调节 PC 组分的含量可以调节材料的流动性，增韧剂选用 B-338 和 1125AC，可以增加材料的韧性，硅氧烷系列的阻燃剂选用 X-40-9805 和 DC-558，

其中 DC-558 为液体，磺酸盐类阻燃剂选用 FR-2025 是磺酸盐类阻燃剂，光稳定剂选用 1010 和 168，加工助剂选用 EBS，见附表 1。

附表 1. 实施例对应的具体配方（份）

	原材料	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
PC3030PJ/300-10	-	100	50	-	-
PC	100	-	50	50	-
300-10/200-10/141R					
PC 300-22/EP30	-	-	-	50	100
B-338	-	4	4	4	4
1125AC	-	1	1	1	1
X-40-9805	-	0.1	0.2	0.3	0.4
FR-2025	-	0.1	0.15	0.2	0.3
1010	-	0.3	0.3	0.3	0.3
168	-	0.2	0.2	0.2	0.2
EBS	-	0.3	0.3	0.3	0.3
DC-558	-	0.3	0.4	0.5	0.5

一种无卤无磷阻燃聚碳酸酯类树脂的制备方法为：

实施例 1 和实施例 2 用一步法：

第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧剂、光热稳定剂、加工助剂；

第二步、将上述材料在高速混合器中充分混合；

第三步、然后用精密计量的送料装置将混合的原材料送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，采用的双螺杆挤出设备的长径比为 40，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第四步、挤出，拉条，冷却，切粒，最后得到成品。

实施例 3 和实施例 4 用两步法：

第一步、按重量配比称取 PC 类树脂、硅系阻燃剂、磺酸盐类阻燃剂、增韧

剂、光热稳定剂、加工助剂；

第二步、将 PC 树脂，10%~30%的阻燃剂和 40%—50%的加工助剂在高速搅拌下充分混合，然后用精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，得到一步料，采用的双螺杆挤出设备的长径比为 40，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

第三步、将 PC 树脂，一步料和余下的阻燃剂，增韧剂，光热稳定剂和加工助剂高速搅拌下充分混合，通过精密计量的送料装置送入双螺杆挤出机中，在螺杆的高速剪切、混炼和输送下，物料得以充分地熔化、复合，再经过挤出，拉条，冷却，切粒，最后包装为成品。采用的双螺杆挤出设备的长径比为 40，并带有精确的温度控制和真空排气设备，螺杆转速在 100~600 转/分钟，其双螺杆挤出工作温度为一区 230℃~ 260℃，二区 230℃~ 270℃，三区 230℃~270℃，四区 235℃~275℃，停留时间 1-2 分钟；

各实施例制备的复合物按标准尺寸注塑成测试用的标准样条，各实施例中的物理性能分别按我国国家标准和美国 UL 标准测试，如下表所示。

物理性能	测试方法
拉伸强度	ASTM D638
断裂伸长率	ASTM D638
Izod 缺口冲击强度	ASTM D256
弯曲强度	ASTM D790
弯曲模量	ASTM D790
熔指	ASTM D1238
燃烧性	UL94

附表 2. 实施例对应的样品性能

	原材料	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
拉伸强度 MPa	60.6	61.2	60.7	61.4	60.8.
伸长率%	>100	>100	>100	>100	>100
缺口冲击 J/m	798	835	803	741	653
弯曲强度 MPa	85.4	83.5	83	84.8	82.6
弯曲模量 MPa	2207	2151	2153	2292	2187
熔指 g/10min	10.9	5.4	8.6	14.2	23.1
阻燃等级	3.0mmV-2	2.0mmV-0	2.0mmV-0	3.0mmV-0	1.5mmV-0

可见，本发明中采用无卤无磷的阻燃体系，可以使用较少的阻燃剂用量达到比较理想的阻燃性能，得到的PC可以达到UL94标准V-0级别，符合欧美市场的环保要求，同时能保持PC优良的力学性能，在市场上具有较大的推广价值。