

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C01B 35/12 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710113285.X

[43] 公开日 2008 年 5 月 28 日

[11] 公开号 CN 101186308A

[22] 申请日 2007.11.2

[21] 申请号 200710113285.X

[71] 申请人 甄曰菊

地址 262513 山东省潍坊市青州市口埠镇赵铺村(吉青化工有限公司)

[72] 发明人 甄曰菊 司 同

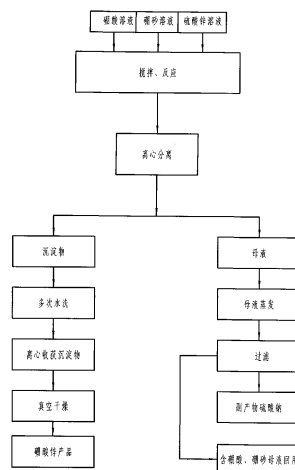
权利要求书 3 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种硼酸锌的制造方法

[57] 摘要

一种硼酸锌的制造方法，其特征是由包括硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)，硼酸(H_3BO_3)和硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)三种物质为反应原料。其优点是三种物质反应生成硼酸锌的可重现性好，反应稳定可靠，硼酸锌微颗粒的尺寸集中在 10 ~ 60 纳米区间，粒度尺寸误差可控制在 ± 5 纳米范围内，如：20 $\pm$ 5 纳米。反应收率高，熟练人员操作可达到 95% 以上，满足实际生产的需要，硼酸锌产品可应用于塑料、橡胶、纺织、润滑油等各个领域，作为阻燃、抑烟、防腐、改善润滑系统摩擦学性能等功能性添加材料使用。



1、一种硼酸锌的制造方法，其特征在于是由包括硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)，硼酸 (H_3BO_3) 和硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 三种物质为反应原料。

2、按照权利要求 1 所述的一种硼酸锌的制造方法，其特征在于所说的硼砂，硼酸和硫酸锌按照以下的浓度比例配比：

硼砂 0.5mol/L~2.0mol/L

硼酸 0.5mol/L~2.0mol/L

硫酸锌 0.5mol/L~2.0mol/L。

3、一种硼酸锌的制造方法，其特征在于包括

A、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硼砂水溶液；

B、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硼酸水溶液；

C、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硫酸锌水溶液；

D、将上述三种溶液在 0~100℃恒温，以 500 转/分钟~3000 转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~60 分钟；

E、分离沉淀液，得硼酸锌沉淀物；

F、多于三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物，得纯净的硼酸锌；

G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

4、按照权利要求 3 所述的一种硼酸锌的制造方法，其特征在于包括

A、配制 0.8mol/L~1.8mol/L 的硼砂水溶液；

B、配制 0.8mol/L~1.8mol/L 的硼酸水溶液；

C、配制 0.8mol/L~1.8mol/L 的硫酸锌水溶液；

D、将上述三种溶液在 20~80℃恒温，以 800 转/分钟~2500 转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~45 分钟；

E、分离沉淀液，得硼酸锌沉淀物；

F、多于三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物，得纯净的硼酸锌；

G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

5、按照权利要求 3 所述的一种硼酸锌的制造方法，其特征在于包括

A、配制 1.0mol/L~1.5mol/L 的硼砂水溶液；

B、配制 1.0mol/L~1.5mol/L 的硼酸水溶液；

C、配制 1.0mol/L~1.5mol/L 的硫酸锌水溶液；

D、将上述三种溶液在 30~60℃恒温，以 1000 转/分钟~2000 转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~30 分钟；

E、分离沉淀液，得硼酸锌沉淀物；

F、多于三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物，得纯净的硼酸锌；

G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

6、按照权利要求 3 所述的一种硼酸锌的制造方法，其特征在于包括

A、配制 1.5mol/L~2.0mol/L 的硼砂水溶液；

B、配制 1.5mol/L~2.0mol/L 的硼酸水溶液；

C、配制 1.5mol/L~2.0mol/L 的硫酸锌水溶液；

D、将上述三种溶液在 30~50℃恒温，以 1200 转/分钟~2400

转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~20 分钟;

E、分离沉淀液, 得硼酸锌沉淀物;

F、多于三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物, 得纯净的硼酸锌;

G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

7、按照权利要求 3 所述的一种硼酸锌的制造方法, 其特征在于包括

A、配制 1.5mol/L~1.8mol/L 的硼砂水溶液;

B、配制 1.5mol/L~1.8mol/L 的硼酸水溶液;

C、配制 1.5mol/L~1.8mol/L 的硫酸锌水溶液;

D、将上述三种溶液在 30~50℃恒温, 以 1200 转/分钟~1600 转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~15 分钟;

E、分离沉淀液, 得硼酸锌沉淀物;

F、多于三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物, 得纯净的硼酸锌;

G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

8、按照权利要求 1 或 2 或 3 所述的一种硼酸锌的制造方法, 其特征在于所述的该方法制造的硼酸锌的平均粒度尺寸在 10~60 纳米。

一种硼酸锌的制造方法

技术领域

本发明属于一种无机阻燃剂的制造方法，确切的讲是一种无机阻燃剂硼酸锌的制造方法。

背景技术

硼酸锌作为阻燃剂使用已经非常广泛，而且具有优良的阻燃、抑烟以及其他优异特性，正在得到越来越广泛的关注和应用。目前硼酸锌的制造工艺，一般是采用硼酸和氧化锌反应，或者，采用硼砂和锌盐反应，制造硼酸锌。例如中国专利 01800497.0，名称为：硼酸锌、其制备方法和其用途。即公开了这种生产工艺和制造方法，该方法具有操作复杂，反应时间长，氧化锌（锌华）的用量大，成本高，实际工厂化生产的可行性较低。中国专利申请：200610028724.2，名称为：一种制备纳米硼酸锌的方法。采用“硼砂、硫酸锌和氧化锌重量比为 1~7：1~5：0.01~0.08 混合均匀”等工艺措施生产制造硼酸锌。该方法的不足之处是反应时间长，能耗高，反应过程中生成的两种副产物硼酸和硫酸钠不能完全分离而无法形成循环使用，造成后处理工序很复杂，不宜工厂化推广应用。本发明的发明人对目前的硼酸锌制造工艺做了认真地研究，提出了本发明的发明目的。

发明内容

本发明的发明目的是为了克服目前硼酸锌制造过程中存在的

反应时间长、能耗高、成本高等问题和不足而提出来的。

本发明的技术解决方案是这样实现的，该硼酸锌的制造方法，其特征在于是由包括硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)，硼酸 (H_3BO_3) 和硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 三种物质为反应原料。

硼砂、硼酸和硫酸锌按照以下的浓度比例配比：

硼砂 0.5mol/L~2.0mol/L

硼酸 0.5mol/L~2.0mol/L

硫酸锌 0.5mol/L~2.0mol/L。

该硼酸锌的制造方法的具体工艺特征包括

- A、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硼砂水溶液；
- B、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硼酸水溶液；
- C、配制 0.5mol/L~2.0mol/L 的硫酸锌水溶液；
- D、将上述三种溶液在 0~100℃恒温，以 500 转/分钟~3000 转/分钟的机械搅拌速度搅拌 5~60 分钟；
- E、分离沉淀液，得硼酸锌沉淀物；
- F、至少三次的清水洗涤硼酸锌沉淀物，得纯净的硼酸锌；
- G、将洗涤后的硼酸锌真空干燥。

本发明的有益的技术效果是：三种物质反应生成硼酸锌的可重现性好，反应稳定可靠，硼酸锌微颗粒的尺寸集中在 10~60 纳米区间，反应收率高，熟练人员操作可达到 95%以上，满足实际生产的需要，硼酸锌产品可应用于塑料、橡胶、纺织、润滑油等各个领域，作为阻燃、抑烟、防腐、改善润滑系统摩擦学性能等功能性添加材

料使用。粒度尺寸集中具有良好的互融性能。其优点是显而易见的。

附图说明

附图是本发明的工艺流程简图。

具体实施方式

下面给出具体的实施例，对本发明的方法进行详细说明。说明具体参照附图中的工艺路线简图，同时，给出硼砂、硼酸和硫酸锌的 mol 质量，作为计算的统一参考。硼砂的 mol 质量：381g；硼酸的 mol 质量：62g；硫酸锌的 mol 质量：287g；水最好采用无离子水，以增加项目实施的可靠性。

以下通过表格形式给出各实施例，反应设备为 500 升带保温（恒温）搅拌装置的耐腐蚀性反应釜。

实施例	水 (L)	硼砂 (g)	硼酸 (g)	硫酸锌 (g)	温度 °C (恒温)	机械搅拌速度 (转/分钟)	搅拌反应时间 (分钟)	离心分离	三次洗涤	真空干燥
1	100	19050	3100	14350	0-100	500-3000	5-60	是	是	是
2	100	30480	4960	22960	20-80	800-2500	5-45	是	是	是
3	100	38100	6200	28700	30-60	1000-2000	5-30	是	是	是
4	100	57150	9300	43050	30-50	1200-2400	5-20	是	是	是
5	100	76200	12400	57400	30-50	1200-1600	5-15	是	是	是
6	100	19050	9300	22960	20-80	1500-3000	5-60	是	是	是
7	100	30480	12400	28700	20-60	800-2500	5-45	是	是	是
8	100	38100	3100	57400	30-50	1200-2000	5-40	是	是	是
9	100	57150	12400	43050	40-60	1000-1800	5-35	是	是	是
10	100	76200	6200	14350	0-100	1600-2600	5-25	是	是	是
11	100	76200	3100	57400	30-50	1200-1800	5-35	是	是	是

最终产品是硼酸锌，粒度可以在一个比较窄的范围里面调整，平均中心粒度尺寸集中在 10~60 纳米，可调节范围±5 纳米。而最终的副产品是硫酸钠，提取硫酸钠的剩余母液，其内具有剩余的硼砂和硼酸，可以通过调整硼砂和硼酸含量，作为反应溶液重复使用。

