

[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 200710017291.5

[51] Int. Cl.

*C08L 23/06 (2006.01)*

*C08L 23/12 (2006.01)*

*C08K 7/00 (2006.01)*

*B29C 47/92 (2006.01)*

*B29C 47/40 (2006.01)*

*B29B 9/12 (2006.01)*

[43] 公开日 2007年8月8日

[11] 公开号 CN 101012324A

[51] Int. Cl. (续)

*C08K 5/20 (2006.01)*

*C08K 3/00 (2006.01)*

*C08K 5/09 (2006.01)*

*C08K 5/54 (2006.01)*

[22] 申请日 2007.1.25

[21] 申请号 200710017291.5

[71] 申请人 宝鸡市云鹏塑料科技有限公司

地址 721006 陕西省宝鸡市开发区创业路6号

[72] 发明人 马世鹏

[74] 专利代理机构 西安西达专利代理有限责任公司

代理人 刘 华

权利要求书2页 说明书9页 附图2页

[54] 发明名称

一种纳米改性塑料复合材料及其制备方法和专用装置

[57] 摘要

本发明公开了一种纳米级改性塑料复合材料，是由纳米级无机填料30~78%、载体10~50%、分散剂3~5%、润滑剂3~5%、增韧剂2~5%、偶联剂2~5%、解聚剂2~5%组成，将上述各种原料倒入专用高速捏合机中以500~2500转/分速度混合搅拌5~20分钟后，在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒，挤出机从进料口到造粒，加热温度分为四段，依次为160℃、180℃、200℃、220℃，机头为220℃，机头处进行风冷模面切粒，粒子直径3mm，粒子高度3mm。本发明的纳米级改性塑料复合材料粒子大小均在100nm以下，且分散均匀，颗粒表面外观良好。而且生产成本低，操作简单，适合于大规模工业化生产。

1. 一种纳米级无机填料改性塑料复合材料, 由纳米级无机填料 30~78%、载体 10~50%、分散剂 3~5%、润滑剂 3~5%、增韧剂 2~5%、偶联剂 2~5%、解聚剂 2~5% 组成; 所述的纳米级无机填料是碳酸钙、滑石粉、高岭土、云母粉、硅灰石、硅藻土、氧化锌、氧化铝、氧化镁、硫酸钡、硫酸铬、硫酸钙, 其组分可以是其中一种或者其中的两种或两种以上的混合物, 所述的载体是聚乙烯、聚丙烯中的任一种; 所述的分散剂是聚乙烯蜡、硬脂酸中的任一种; 所述的润滑剂是石蜡; 所述的增韧剂是二三元乙丙胶、三元乙丙胶中的任一种; 所述的偶联剂是硅烷类、钛酸脂类、铝酸酯类、稀土类硅烷类、钛酸酯类中的任一种; 所述的解聚剂是酰胺类中的任一种。

2. 根据权利要求 1 所述的纳米级无机填料改性塑料复合材料, 其特征在于, 所述的纳米级无机填料的粒径在 100nm 以内。

3. 制备权利要求 1 所述的纳米级无机填料改性塑料复合材料的方法, 其特征在于, 包括下列步骤:

1) 按配方比例称取纳米级无机填料、载体、分散剂、润滑剂、增韧剂、偶联剂、解聚剂备用;

2) 将上述各种原料、助剂倒入高速捏合机或混合釜或搅拌机中混合 5~20 分钟, 搅拌速度 500~2500 转/分, 出料温度为 50℃~100℃;

3) 将从高速捏合机中出来的搅拌均匀的混合料在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒, 挤出机从进料口到造粒, 加热温度分为四段, 其中进料口处温度为 150℃~170℃, 中间熔融段温度为 170℃~190℃, 最后计量段温度为 190℃~210℃。机头处温度为 210℃~230℃, 机头处进行风冷模面切粒, 粒子直径 3

mm，粒子高度 3 mm。

4. 一种制备权利要求 3 的纳米级无机填料改性塑料复合材料的方法的专用装置，其特征在于，底座（12）上分别连接有电机（11）、支架（10）、容器（4），电机（11）通过传动带与搅拌轴（7）相连，搅拌轴（7）上分别安装有相互交错的搅拌叶片（8、9），容器（4）一侧的下端设有出料口（6）、上端设有阀门（3）、第一进料口（1）、第二进料口（2），容器（4）内壁两侧分别设置有至少两个挡板（5）。

## 一种纳米改性塑料复合材料及其制备方法和专用装置

### 技术领域

本发明属于高分子材料技术领域，具体涉及一种纳米改性塑料复合材料及其制备方法和专用装置。

### 背景技术

目前已有在实验室或工业化生产的纳米级填料产品（颗粒尺寸小于100nm）生产改性塑料复合材料，但是，由于团聚的原因，这些纳米填料在储存和运输过程中，已变成200、300、400、500nm等更大颗粒的，不再是纳米填料了，其原因是由于纳米颗粒异常活跃，其个体间的相互作用也非常强，时常会使数个颗粒聚合在一起，而形成了更大的（团聚）颗粒。这种现象会极大地削减了纳米材料添加于复合材料中时应发挥的功效。因此，如何将“团聚”化的纳米颗粒再分散在其它粉体或粒料中是个技术难题。为了确保这些纳米填料具有储存稳定性就需要对纳米颗粒表面再次进行处理。常用的方法为，①表面静电消除处理，②表面活性处理。上述存在的缺陷是处理费用高，不经济，工艺复杂等。

### 发明内容

针对上述现有技术中存在的问题与不足，本发明的目的是一种稳定性好、降低“团聚”现象的纳米级无机填料改性塑料复合材料。

本发明的另一目的是提供制备改性塑料复合材料的方法。

本发明的再一目的是提供制备改性塑料复合材料方法使用的专用装置。

实现上述发明目的的技术方案是这样解决的：一种纳米级无机填料改性塑料复合材料，由纳米级无机填料 30~78%、载体 10~50%、分散剂 3~5%、润滑剂 3~5%、增韧剂 2~5%、偶联剂 2~5%、解聚剂 2~5% 组成；所述的纳米级无机填料是碳酸钙、滑石粉、高岭土、云母粉、硅灰石、硅藻土、氧化锌、氧化铝、氧化镁、硫酸钡、硫酸铬、硫酸钙，其组分可以是其中一种或者其中的两种或两种以上的混合物，所述的载体是聚乙烯、聚丙烯中的任一种；所述的分散剂是聚乙烯蜡、硬脂酸中的任一种；所述的润滑剂是石蜡；所述的增韧剂是二三元乙丙胶、三元乙丙胶中的任一种；所述的偶联剂是硅烷类、钛酸脂类、铝酸酯类、稀土类硅烷类、钛酸酯类中的任一种；所述的解聚剂是酰胺类中的任一种。

本发明的另一目的是提供制备纳米级无机填料改性塑料复合材料方法，包括下列步骤：

- 1) 按配方比例称取纳米级无机填料、载体、分散剂、润滑剂、增韧剂、偶联剂、解聚剂备用；
- 2) 将上述各种原料、助剂倒入专用高速捏合机中混合 5~20 分钟，搅拌速度 500~2500 转/分，出料温度为 50~100℃；
- 3) 将从专用高速捏合机中出来的搅拌均匀的混合料在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒，挤出机从进料口到造粒，加热温度分为四段，其中进料口处温度为 150℃~170℃，中间熔融段温度为 170℃~190℃，最后计量段温度为 190℃~210℃。机头处温度为 210℃~230℃，机头处进行风冷模面切粒，粒子直径 3 mm，粒子高度 3 mm。

本发明的再一目的是提供制备上述纳米级无机填料改性塑料复合材料所使用的专用装置，其本发明的突出进步在于包括一个底座上分别连接有电机、支架、容器，电机通过传动带与搅拌轴相连，搅拌轴上分别安装有相互交错的搅拌叶片，容器一侧的下端设有出料口、上端设有阀门、第一进料口、第二进料口，容器内壁两侧分别设置有至少两个挡板。

本发明与现有技术相比，本发明的纳米级无机填料改性塑料复合材料具有以下优点：

1) 用本发明的方法和设备生产出来的纳米级无机填料改性塑料复合材料能降低了“团聚”现象；

2) 降低原料成本，提高产品性能；

3) 本发明的塑料复合材料的用途广，用于生产塑料薄膜厂、塑料中空桶、塑料管材、塑料板材等产品中。

本发明综合采用上述方法，比较合理地解决了“团聚”问题，实现了 90-95% 纳米填料不团聚的目的。

采用上述方法和设备生产的纳米级无机填料改性塑料复合材料的主要技术及性能指标

项 目	单 位	技 术 要 求	技 术 指 标
粒 度	nm	≤100	10-100
分 散 性	%	≥50.0	90
纳米碳酸钙含量	%	78	80
及允许偏差	%	-3%—12%	2

密 度	g/cm <sup>3</sup>	≤2.0	0.8
水分及挥发物含量	%	≤0.5	0.1
熔体流动速率	g/10min	5.1-20	15
拉伸强度	MPa	≥28.0	58.0
拉伸断裂伸长率	%	≥400	980
缺口冲击强度	KJ/m <sup>2</sup>	≥8.0	29.0
白 度	%	≥50	80

### 附图说明

图 1 为本发明专用装置；

图 2 为纳米“团聚”现象分散前的电镜照片；

图 3 为纳米“团聚”现象分散后的电镜照片。

### 具体实施方式

附图 1、附图 3 为本发明的实施例。

下面结合实施例及附图对发明内容作进一步说明：

#### 实施例 1：

一种纳米级无机填料改性塑料复合材料，由纳米级无机填料 30~78%、载体 10~50%、分散剂 3~5%、润滑剂 3~5%、增韧剂 2~5%、偶联剂 2~5%、解聚剂 2~5% 组成；所述的纳米级无机填料是碳酸钙、滑石粉、高岭土、云母粉、硅灰石、硅藻土、氧化锌、氧化铝、氧化镁、硫酸钡、硫酸铬、硫酸钙，其组分可以是其中一种或者其中的两种或两种以上的混合物，所述的载体是聚乙烯、聚丙烯中的任一种；所述的分散剂是聚乙烯蜡、硬脂酸中的任一种；所述的润滑剂是石蜡；所述的增韧剂是二三元乙丙胶、三元乙丙胶中

的任一种；所述的偶联剂是硅烷类、钛酸脂类、铝酸酯类、稀土类硅烷类、钛酸酯类中的任一种；所述的解聚剂是酰胺类中的任一种。

## 实施例 2

制备纳米级无机填料改性塑料复合材料方法，包括下列步骤：

1) 按配方比例称取纳米级无机填料、载体、分散剂、润滑剂、增韧剂、偶联剂、解聚剂备用；

2) 将上述各种原料、助剂倒入专用高速捏合机中混合 5~20 分钟，搅拌速度 500~2500 转/分，出料温度为 50~100℃；

3) 将从专用高速捏合机中出来的搅拌均匀的混合料在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒，挤出机从进料口到造粒，加热温度分为四段，其中进料口处温度为 150℃~170℃，中间熔融段温度为 170℃~190℃，最后计量段温度为 190℃~210℃。机头处温度为 210℃~230℃，机头处进行风冷模面切粒，粒子直径 3 mm，粒子高度 3 mm。

## 实施例 3

参照图 1 所示，一种制备权利要求 4 的纳米级无机填料改性塑料复合材料的方法的专用装置，其底座 12 上分别连接有电机 11、支架 10、容器 4，电机 11 通过传动带与搅拌轴 7 相连，搅拌轴 7 上分别安装有相互交错的搅拌叶片 8、9，容器 4 一侧的下端设有出料口 6、上端设有阀门 3、第一进料口 1、第二进料口 2，容器 4 内壁两侧分别设置有至少两个挡板 5。

工作原理：

本发明是将上述所列填料在混合釜（反应釜，混合器，捏合机，捏合锅）中混合后，将混料通过第一加料口 1 加入容器 4 内，在高速搅拌的过程中，



混料被搅拌叶片 8、9，同时通过第二加料口 2 加入液体物料，搅拌轴 7、搅拌挡板 5 同时进行剪切，团聚的粒子被打开了，同时马上被偶联剂包覆，防止打开后再团聚，通过阀门 3 将容器内的多余气体放出，其球磨机中球磨子采用该纳米的粒子同种类的普通粒子，本发明综合了机械均质原理和胶体研磨原理，能较好地将纳米聚团均一分散到纳米数量级。

#### 实施例 4

纳米碳酸钙（粒子大小 50nm）	78%
聚乙烯	10%
硬脂酸	3%
石 蜡	3%
三元乙丙胶	2%
硅烷偶联剂	2%
解聚剂 1 号	2%

制备纳米级无机填料改性塑料复合材料方法，包括下列步骤：

1) 按配方比例称取纳米级无机填料、载体、分散剂、润滑剂、增韧剂、偶联剂、解聚剂备用；

2) 将上述各种原料、助剂倒入专用高速捏合机中混合 5~20 分钟，搅拌速度 500~2500 转/分，出料温度为 60℃~95℃；

3) 将从专用高速捏合机中出来的搅拌均匀的混合料在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒，挤出机从进料口到造粒，加热温度分为四段，其中进料口处温度为 150℃，中间熔融段温度为 170℃，最后计量段温度为 190℃。机头处温度为 230℃，机头处进行风冷模面切粒，粒子直径 3 mm，粒子高度 3 mm。

### 专用装置同实例 3。

#### 实施例 5

纳米滑石粉	68%
聚丙烯	20%
聚乙烯蜡	3%
石 蜡	3%
三元乙丙胶	2%
钛酸酯偶联剂	2%
解聚剂 2 号	2%

制备纳米级无机填料改性塑料复合材料方法，包括下列步骤：

1) 按配方比例称取纳米级无机填料、载体、分散剂、润滑剂、增韧剂、偶联剂、解聚剂备用；

2) 将上述各种原料、助剂倒入专用高速捏合机中混合 5~20 分钟，搅拌速度 500~2500 转/分，出料温度为 60℃~95℃；

3) 将从专用高速捏合机中出来的搅拌均匀的混合料在双螺杆塑料挤出机中挤出造粒，挤出机从进料口到造粒，加热温度分为四段，其中进料口处温度为 170℃，中间熔融段温度为 190℃，最后计量段温度为 210℃。机头处温度为 230℃，机头处进行风冷模面切粒，粒子直径 3 mm，粒子高度 3 mm。

生产方法及使用的专用装置同实例 2、实例 3。

#### 实施例 6

纳米滑石粉	30%
聚丙烯	45%

---

聚乙烯蜡	5%
石 蜡	5%
三元乙丙胶	5%
钛酸酯偶联剂	5%
解聚剂 2 号	5%

生产方法及使用的专用装置同实例 4、实例 3。

#### 实施例 7

纳米滑石粉	50%
聚丙烯	30%
聚乙烯蜡	4%
石 蜡	4%
三元乙丙胶	4%
钛酸酯偶联剂	4%
解聚剂 2 号	4%

生产方法及使用的专用装置同实例 5、实例 3。

#### 实施例 8

纳米滑石粉	40%
聚丙烯	45%
聚乙烯蜡	4%
石 蜡	3%
三元乙丙胶	3%
钛酸酯偶联剂	3%

**解聚剂 2 号****2%**

生产方法及使用的专用装置同实例 5、实例 3。

综上所述，参见图 1、图 3 是来进一步说明本发明的产品的效果：

图 2、图 3 所示，都是在 10 千伏电压、2 万倍条件下的电子显微镜照片，图 2 是分散前的电镜照片，图 3 为分散后的电镜照片，通过对比，可以看到，分散前的纳米级碳酸钙“团聚”现象比较严重，几乎到处都是抱成一团的小颗粒；经检定，从分散后的照片中的纳米级碳酸钙粒子大小均在 100nm 以下，且分散均匀，颗粒表面外观良好，而且碳酸钙粒子周围形成“海岛”结构，其界面相互模糊，说明其综合力较强，虽然说分散后的电镜照片中仍然还存在有 5%~10%的纳米级碳酸钙“团聚”现象，但存在已经不能影响整体材料的变性。

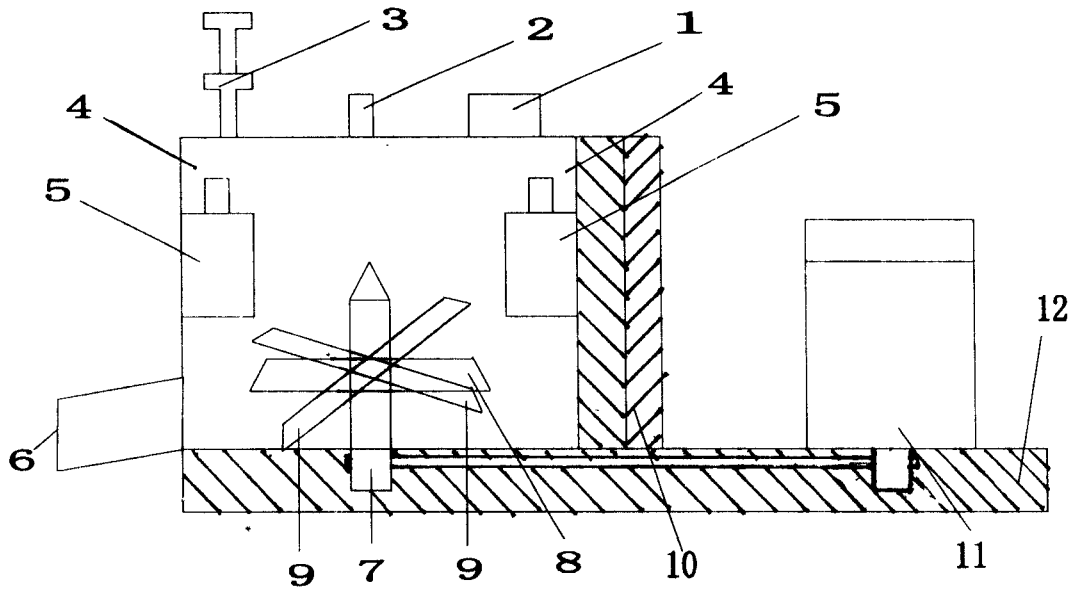


图 1

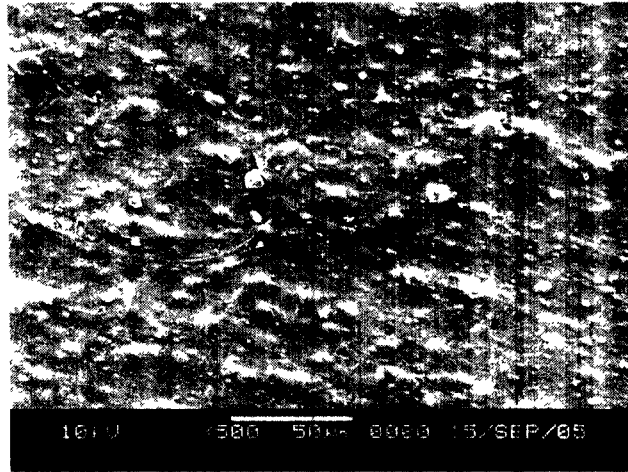


图 2

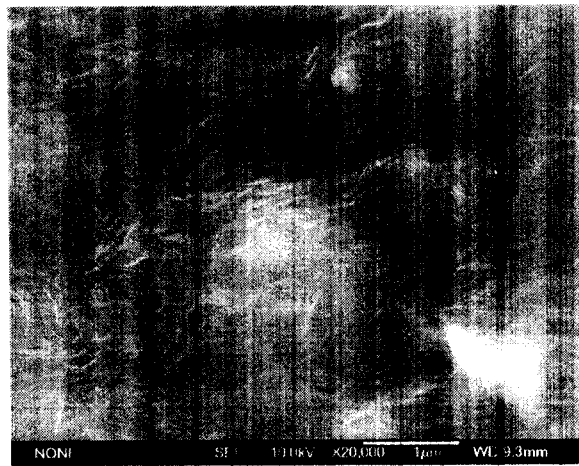


图 3