



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103265725 B

(45) 授权公告日 2015.07.08

---

(21) 申请号 201310232062.0

(22) 申请日 2013.06.13

(73) 专利权人 盐城工学院

地址 224003 江苏省盐城市亭湖区黄海中路  
20号

(72) 发明人 张良

(51) Int. Cl.

C08K 13/02(2006.01)

C08K 3/32(2006.01)

C08K 3/26(2006.01)

C08K 3/38(2006.01)

C08K 3/34(2006.01)

C08K 3/22(2006.01)

(56) 对比文件

JP 特表 2007-536402 A, 2007.12.13, 说明书第 0002-0062 段。

审查员 张爱欣

权利要求书1页 说明书6页

---

(54) 发明名称

低烟型次磷酸铝复配阻燃剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于化工领域，目的是提供一种具有良好的阻燃及抑烟性能的低烟型次磷酸铝复配阻燃剂及其制备方法，该阻燃剂是由 30-60 重量份的次磷酸铝、20-40 份的水滑石、20-40 份的硼酸锌、5-10 份的硅藻土、5-10 份的氧化镁和 1-3 份的偶联剂经混合、筛分后制成。偶联剂为钛酸四丁酯偶联剂或铝酸酯偶联剂。该阻燃剂具有良好的阻燃及抑烟性能，而且添加复配阻燃剂后聚合物力学性能没有明显降低。

1. 一种低烟型次磷酸铝复配阻燃剂, 其特征在于: 该阻燃剂是由 30-60 重量份的次磷酸铝、20-40 份的水滑石、20-40 份的硼酸锌、5-10 份的硅藻土、5-10 份的氧化镁和 1-3 份的偶联剂经混合、筛分后制成, 所述偶联剂为钛酸四丁酯偶联剂或铝酸酯偶联剂。

2. 根据权利要求 1 所述的低烟型次磷酸铝复配阻燃剂, 其特征在于: 该阻燃剂是由 40-50 重量份的次磷酸铝、25-35 份的水滑石、25-35 份的硼酸锌、6-8 份的硅藻土、6-8 份的氧化镁和 1-2 份的偶联剂经混合、筛分后制成。

3. 一种根据权利要求 1 所述的低烟型次磷酸铝复配阻燃剂的制备方法, 其特征在于: 依次包括以下步骤:

S1. 按照阻燃剂各组分的重量份数称取次磷酸铝、水滑石、硼酸锌、硅藻土、氧化镁和偶联剂;

S2. 将准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀, 混合时间为 40-80min, 并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃;

S3. 将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分, 然后将初步筛分的物料输送至离心筛进一步筛分;

S4. 将从离心筛筛分出来的物料进行包装, 即得阻燃剂成品。

4. 根据权利要求 3 所述的制备方法, 其特征在于: 步骤 S3 中, 振动筛采用 ZS 系列的振动筛, 离心筛采用的型号为 LXS-300 型。

## 低烟型次磷酸铝复配阻燃剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化工领域,涉及一种阻燃剂,尤其涉及了一种低烟型次磷酸铝复配阻燃剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 研究表明,在火灾中,烟是最先产生和最易致死的因素。据专家统计,世界上因火灾事故而死亡的人中,80%以上是因为高分子材料燃烧放出的烟雾和毒性气体使人窒息而死,并非明火烧身而亡。高分子材料在燃烧时产生较多的烟雾和有毒气体,这种烟雾气体是火灾中最危险的因素,因为它们的扩散速度远大于火焰的扩散速度,在火灾中妨碍了人们的撤离和扑灭工作,从而使生命财产遭受严重损失。因此在阻燃研究领域,阻燃与抑烟问题是两个永恒的话题。

[0003] 塑料是在家电仪表、电子、汽车等方面应用十分广泛的一种聚合物材料。因为塑料具有易燃的特点,所以通常需要对其进行阻燃处理,使用的阻燃剂按是否含卤素可以分为卤系阻燃剂和无卤阻燃体系。传统含卤阻燃剂虽然阻燃效率高,但其燃烧会产生大量有毒、腐蚀性气体,目前阻燃剂的发展趋势是无卤化。次磷酸铝是一种新型的无卤阻燃剂,其磷含量高,具有热稳定性好、水溶性小、阻燃效力大等优点,并且在加工中不引起聚合物的分解,也不影响塑料模制组合物。但次磷酸铝的抑烟性能有待进一步提高,因此通过复配技术使次磷酸铝兼具阻燃、抑烟功能,同时不影响聚合物力学性能,又符合环境保护要求则会具有很好的工业应用前景。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于针对现有性能不足,提供了一种具有良好的阻燃及抑烟性能的低烟型次磷酸铝复配阻燃剂及其制备方法。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0006] 一种低烟型次磷酸铝复配阻燃剂,该阻燃剂是由30-60重量份的次磷酸铝、20-40份的水滑石、20-40份的硼酸锌、5-10份的硅藻土、5-10份的氧化镁和1-3份的偶联剂经混合、筛分后制成。

[0007] 作为优选,阻燃剂是由40-50重量份的次磷酸铝、25-35份的水滑石、25-35份的硼酸锌、6-8份的硅藻土、6-8份的氧化镁和1-2份的偶联剂经混合、筛分后制成。

[0008] 进一步的,所述偶联剂为钛酸四丁酯偶联剂或铝酸酯偶联剂。

[0009] 一种低烟型次磷酸铝复配阻燃剂的制备方法,依次包括以下步骤:

[0010] S1. 按照阻燃剂各组分的重量份数称取次磷酸铝、水滑石、硼酸锌、硅藻土、氧化镁和偶联剂;

[0011] S2. 将准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀,混合时间为40-80min,并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于100℃。

[0012] S3. 将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分,然后将初步筛分的物料

输送至离心筛进一步筛分；

[0013] S4. 将从离心筛筛分出来的物料进行包装，即得阻燃剂成品。

[0014] 本发明的制备方法中使用的振动筛采用 ZS 系列的振动筛，如型号为 ZS-650 型的振动筛，其电机 1.5kw，转速 1370rpm；离心筛采用的型号为 LXS-300 型。

[0015] 本发明的原料中，次磷酸铝是一种新型的无卤阻燃剂，其热稳定性好、水溶性小、阻燃效力大，适用于 PA、PS、HIPS、ABS、PC-ABS、PC 等，但抑烟性能不足，复配后抑烟效果明显提高；水滑石 (LDHs) 是一类具有层状结构的新型无机功能材料，统称是层状双羟基复合金属氧化物，LDHs 在受热时，其结构水合层板羟基及层间离子以水合 CO<sub>2</sub> 的形式脱除，起到降低燃烧气体浓度，阻隔 O<sub>2</sub> 的作用；LDHs 的结构水，层板羟基以及层间离子在不同的温度内脱离层板，从而可以在较低的范围内 (200~800℃) 释放阻燃物质。在阻燃过程中，吸热量大，有利于降低燃烧时产生的高温，可以作为无卤高抑烟阻燃剂，广泛应用于塑料、橡胶、涂料等领域。硼酸锌是最早使用的阻燃剂之一，也是重要的无机阻燃剂，其特点为热稳定性好、毒性低、消烟，与其它阻燃剂复配效果良好，添加后可减少材料燃烧烟浓度。硅藻土质轻而软，易研成粉末，具有很强的吸附能力和气体阻隔性能，作为填料使用可降低材料成本。氧化镁可以作为阻燃剂使用，其与次磷酸铝有协同作用，可以抑制烟雾的产生。

[0016] 本发明的优点如下：

[0017] 1. 本发明采用具有抑烟功能的水滑石、硼酸锌与次磷酸铝复配。复配产品中的水滑石、硼酸锌具有良好的阻燃及抑烟性能。

[0018] 2. 本发明采用硅藻土参与复配，其吸附能力和气体阻隔性能提高了次磷酸铝阻燃和抑烟性能。

[0019] 3. 本发明采用具有协同效应的氧化镁与次磷酸铝复配。复配产品中的氧化镁与次磷酸铝协同抑制烟雾产生。

[0020] 4. 所有物料混合过程中加入偶联剂进行有机化改性，改进复配产品与有机聚合物的相容性，可减少因共混过程引起的聚合物力学性能的降低。

## 具体实施方式

[0021] 下面结合实施例对本发明作进一步描述：

[0022] 实施例 1：

[0023] 一种低烟型次磷酸铝复配阻燃剂，包括以下原料：

[0024] 次磷酸铝 25kg (主含量 99% 以上)，水滑石 10kg，硼酸锌 10kg，硅藻土 4kg，氧化镁 3kg，钛酸四丁酯偶联剂 1kg；

[0025] 其制备方法，包括以下步骤：

[0026] S1. 称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料：

[0027] S2. 将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀，混合时间为 40min，并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃；

[0028] S3. 将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分，除掉大颗粒或者结块的物料，然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分；振动筛型号是 ZS-650，电机 1.5kw，转速 1370rpm；离心筛型号是 LXS-300。

[0029] S4. 将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装，即得低烟型次磷酸铝复

配阻燃剂成品。

[0030] 实施例 2：

[0031] 与实施例 1 不同之处在于：称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料：次磷酸铝 50kg（主含量 99% 以上），水滑石 30kg，硼酸锌 30kg，硅藻土 8kg，氧化镁 8kg，钛酸四丁酯偶联剂 3kg；

[0032] 其制备方法：

[0033] 首先将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀，混合时间为 50min，并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃；

[0034] 其次，将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分，除掉大颗粒或者结块的物料，然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分；振动筛型号是 ZS-650，电机 1.5kw，转速 1370rpm；离心筛型号是 LXS-300。

[0035] 最后，将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装，即得低烟型次磷酸铝复配阻燃剂成品。

[0036] 实施例 3：

[0037] 与实施例 1 不同之处在于：称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料：次磷酸铝 40kg（主含量 99% 以上），水滑石 15kg，硼酸锌 15kg，硅藻土 6kg，氧化镁 4kg，钛酸四丁酯偶联剂 1kg；

[0038] 其制备方法如下：

[0039] 首先将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀，混合时间为 60min，并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃；

[0040] 其次，将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分，除掉大颗粒或者结块的物料，然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分；振动筛型号是 ZS-650，电机 1.5kw，转速 1370rpm；离心筛型号是 LXS-300。

[0041] 最后，将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装，即得低烟型次磷酸铝复配阻燃剂成品。

[0042] 实施例 4：

[0043] 与实施例 1 不同之处在于：称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料：次磷酸铝 45kg（主含量 99% 以上），水滑石 30kg，硼酸锌 30kg，硅藻土 6kg，氧化镁 4kg，钛酸四丁酯偶联剂 2kg；

[0044] 其制备方法如下：

[0045] 首先，将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀，混合时间为 45min，并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃；

[0046] 其次，将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分，除掉大颗粒或者结块的物料，然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分；振动筛型号是 ZS-650，电机 1.5kw，转速 1370rpm；离心筛型号是 LXS-300。

[0047] 最后，将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装，即得低烟型次磷酸铝复配阻燃剂成品。

[0048] 实施例 5：

[0049] 与实施例 1 不同之处在于：称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料：次磷酸铝

60kg(主含量 99%以上),水滑石 20kg,硼酸锌 20kg,硅藻土 8kg,氧化镁 6kg,钛酸四丁酯偶联剂 3kg ;

[0050] 其制备方法如下 :

[0051] 首先,将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀,混合时间为 60min,并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃ ;

[0052] 其次,将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分,除掉大颗粒或者结块的物料,然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分;振动筛型号是 ZS-650,电机 1.5kw,转速 1370rpm;离心筛型号是 LXS-300。

[0053] 最后,将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装,即得低烟型次磷酸铝复配阻燃剂成品。

[0054] 实施例 6 :

[0055] 与实施例 1 不同之处在于 :称取低烟型次磷酸铝复配阻燃剂原料 :次磷酸铝 30kg(主含量 99%以上),水滑石 15kg,硼酸锌 15kg,硅藻土 45kg,氧化镁 4kg,钛酸四丁酯偶联剂 1kg ;

[0056] 其制备方法如下 :

[0057] 首先,将上述准备好的各组分投入到具有水冷功能的高速混合机中混合均匀,混合时间为 50min,并且在混合过程中控制混合机中的物料温度低于 100℃ ;

[0058] 其次,将混合均匀后的物料输送至振动筛中进行初步筛分,除掉大颗粒或者结块的物料,然后将初步筛分的物料输送至离心筛进行二次筛分;振动筛型号是 ZS-650,电机 1.5kw,转速 1370rpm;离心筛型号是 LXS-300。

[0059] 最后,将从离心筛筛分出来的物料输送至包装线进行包装,即得低烟型次磷酸铝复配阻燃剂成品。

[0060] 将以上实例 1-3 所制得的产品分别应用于 HIPS、ABS 材料中,按照国家标准测试材料的性能,配方组成及性能测试结果如下 :

[0061] 表 1 :HIPS 配方组成及性能测试结果

[0062]

配方组成	1#	2#	3#	备注
苯乙烯	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	
聚丁二烯	<b>8.0</b>	<b>8.0</b>	<b>8.0</b>	
过氧化苯甲酰	<b>0.05</b>	<b>0.05</b>	<b>0.05</b>	
过氧化异丙苯	<b>0.05</b>	<b>0.05</b>	<b>0.05</b>	
叔十二烷硫醇	<b>0.20</b>	<b>0.20</b>	<b>0.20</b>	
实施例 1 产品	<b>8</b>			
实施例 2 产品		<b>8</b>		
实施例 3 产品			<b>8</b>	
性能				
烟密度等级	<b>62.86</b>	<b>58.26</b>	<b>56.17</b>	<b>GB/T 8627-2007</b>
极限氧指数/%	<b>28.2</b>	<b>28.5</b>	<b>29.8</b>	<b>GB/T 2406-2009</b>
垂直燃烧等级	<b>V-0</b>	<b>V-0</b>	<b>V-0</b>	<b>GB/T 2408-2008</b>
拉伸强度/MPa	<b>31.25</b>	<b>27.13</b>	<b>28.44</b>	<b>GB/T 1040-1992</b>
弯曲强度/MPa	<b>46.41</b>	<b>40.54</b>	<b>42.17</b>	<b>GB/T 9341-2007</b>

[0063] 表 2 :ABS 配方组成及性能测试结果

[0064]

配方组成	1#	2#	3#	备注
ABS	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	
加工助剂 ACR	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	
润滑剂	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	
实施例 1 产品	<b>8</b>			
实施例 2 产品		<b>8</b>		
实施例 3 产品			<b>8</b>	
性能				
烟密度等级	<b>47.46</b>	<b>46.51</b>	<b>45.76</b>	<b>GB/T 8627-2007</b>

[0065]

极限氧指数/%	31.7	30.4	32.5	GB/T 2406-2009
垂直燃烧等级	V-0	V-0	V-0	GB/T 2408-2008
拉伸强度/MPa	42.19	38.75	39.23	GB/T 1040-1992
弯曲强度/MPa	67.29	59.18	62.76	GB/T 9341-2007

[0066] 以上所显示的仅为本发明的较佳实施例而已，不能以此来限定本发明的权利范围，因此依本发明申请专利范围所作的等同变化，仍属本发明所涵盖的范围。