



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102732063 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 17

(21) 申请号 201210191344. 6

C08L 7/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2012. 06. 12

C08K 13/06 (2006. 01)

(71) 申请人 华东师范大学

C08K 9/04 (2006. 01)

地址 200062 上海市普陀区中山北路 3663 号

C08K 9/06 (2006. 01)

(72) 发明人 谢美然 张以群 王国伟 郑昌武

(74) 专利代理机构 上海麦其知识产权代理事务所 (普通合伙) 31257

代理人 董红曼

(51) Int. Cl.

C09C 1/00 (2006. 01)

C09C 3/04 (2006. 01)

C09C 3/08 (2006. 01)

C09C 3/12 (2006. 01)

C08L 23/28 (2006. 01)

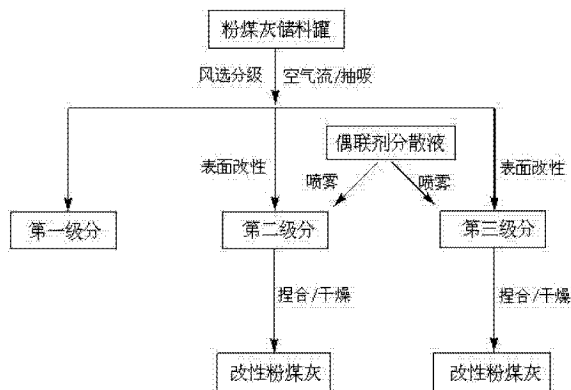
权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种改性粉煤灰、其制备方法及装置

(57) 摘要

本发明提供了一种改性粉煤灰的制备方法, 在密闭负压系统中, 以粉煤灰为原料, 在对所述粉煤灰颗粒进行风选分级处理的同时, 对分选出的细颗粒和极细颗粒进行喷雾表面化学改性处理, 经加热、干燥后得到目的产物改性粉煤灰。本发明制备得到的改性粉煤灰, 颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团, 活化指数大于 0.9。本发明还公开了一种粉煤灰分选及改性装置。本发明工艺方法节能环保、对粉煤灰的利用程度高, 所得改性粉煤灰具有颗粒细度选择范围宽, 偶联剂用量少且分布均匀, 与聚合物基体相容性好等优点, 在橡胶制品填充中可全部取代碳酸钙、滑石粉或部分取代碳黑, 是一种成本低、品质优的资源再生型材料。



1. 一种改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,在密闭负压系统中,以粉煤灰为原料,在对所述粉煤灰颗粒进行风选分级的同时,对分选出的细颗粒、超细颗粒和极细颗粒进行喷雾化学改性处理,经加热、干燥后得到所述改性粉煤灰。

2. 如权利要求1所述改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,所述细颗粒的粒径为800目以上;所述超细颗粒的粒径为1000目以上;所述极细颗粒的粒径为3000目以上。

3. 如权利要求1所述改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,所述风选分级是在密闭负压的分选设备中进行;所述分选设备包括第一级分选机、第二级分选机、第三级分选机。

4. 如权利要求3所述超细粉煤灰的制备方法,其特征在于,所述风选分级是通过切旋气流并调节风力,在第一级分选机中分出粗颗粒,在第二级分选机中分出细颗粒或超细颗粒,在第三级分选机中分出极细颗粒。

5. 如权利要求3所述改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,所述喷雾表面化学改性处理是在在所述第二级分选机和第三级分选机中进行,由设置在所述第二级分选机和第三级分选机中的至少一个喷头向所述细颗粒和极细颗粒的表面直接喷洒改性剂。

6. 如权利要求1所述超细粉煤灰的制备方法,其特征在于,进一步包括,将经所述喷雾化学改性处理之后的所述细颗粒和极细颗粒导入捏合机中进行搅拌、捏合和加热处理,强化表面偶联。

7. 如权利要求6所述超细粉煤灰的制备方法,其特征在于,在所述捏合机顶部设置至少一个喷头。

8. 如权利要求5所述改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,所述改性剂是偶联剂雾状分散液;其中,所述偶联剂是硅烷、铝酸酯、钛酸酯、锆酸酯之任意一种或两种以上混合;其用量为所述粉煤灰重量的0.2-3%;所述分散液是溶剂油、酒精、乙酸乙酯、三乙醇胺、环氧大豆油、烯丙氧基环氧丙烷、缩水甘油醚之任意一种或两种以上混合;其用量为所述粉煤灰重量的0.5-5%。

9. 如权利要求1所述改性粉煤灰的制备方法,其特征在于,进一步包括,在所述第二级分选机中,对所述800目以上的细颗粒进一步分选得到超细颗粒;所述超细颗粒的粒径为1200目或2000目。

10. 一种如权利要求1所述方法制备得到的改性粉煤灰,其特征在于,所述改性粉煤灰的颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,活化指数大于0.9。

11. 一种粉煤灰分选及改性装置,其特征在于,在密闭负压状态下,所述装置用于在分选粉煤灰颗粒的同时对该颗粒表面进行改性,包括:

分选设备,用于分选所述粉煤灰;其包括第一级分选机、以及与所述第一级分选机依次连通的第二级分选机和第三级分选机;

分布设置在所述第二级分选机和第三级分选机顶部和/或四周的至少一个喷头,其用于向分选的粉煤灰颗粒的表面直接喷洒改性剂;

以及分别与所述第二级分选机和第三级分选机密封连接的捏合机或高速搅拌机,用于强化偶联剂与颗粒表面的化学结合和偶联作用的效果。

## 一种改性粉煤灰、其制备方法及装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及橡胶制品填料加工技术领域,具体地涉及一种制备改性粉煤灰、其分级和表面处理方法及实现装置。

### 背景技术

[0002] 粉煤灰是燃煤火力发电厂排出的固体废弃物,是由不同结构和形态的微粒组成的分散体系。粉煤灰的主要化学成分为硅、铝、铁氧化物,一定量的钙、镁、硫氧化物,痕量的铜、铬、铅等,以及未燃尽的炭粒。粉煤灰全国年排放总量已超过 1 亿吨,而其中得到利用的还不到 50%,大量粉煤灰堆积于灰场,不仅占用土地资源,而且对水质和环境造成污染。未经处理的粉煤灰,只能用作建材原料,如水泥填料或砖块等,经济价值不高。所以,加强粉煤灰的综合开发利用,提高其经济效益和附加值,无论从环保、节能或资源再利用的角度看,都是十分必要的。

[0003] 由于粉煤灰中含有大量性能稳定的二氧化硅、氧化铝、氧化铁等成分,无机亲水性的颗粒表面,与橡胶等疏水性有机基体的相容性差,易使颗粒与基体的结合面成为复合材料的薄弱环节;另外,粉煤灰的表面能较高,粒度细,容易产生团聚,很难在橡胶基体中均匀分散,使其应用范围受到限制,使用效果大打折扣。因此,必须改善其表面性状。粉煤灰经偶联剂表面改性后,疏水性增强,分散稳定性提高,在有机材料的填料等方面具有广泛用途。迄今为止,已开发了硅烷、铝酸酯、钛酸酯、锆酸酯等多种偶联剂,用于粉煤灰的表面化学改性。例如,中国专利 CN 101240095A、1047272、102070794A、102010535A 等公开了利用偶联剂对粉煤灰进行表面改性,所用的改性剂多以硅烷偶联剂为主,以助改性剂为辅,或者选用粉煤灰专用改性剂。改性效果最好的是某些有机硅烷,其次是铝、钛、锆等金属有机酸酯类偶联剂,对于使用两种以上金属有机酸酯类偶联剂,经过适当复配,协同效果可达到甚至超过有机硅烷。专利 CN 101348578 利用氢氟酸作为腐蚀剂对粉煤灰表面进行腐蚀处理,再经活化剂活化、纳米改性、偶联剂接枝疏水性等处理后,获得粉煤灰微珠橡塑填料。专利 CN 1880385A 对粉煤灰进行加热除水、筛选、研磨等处理后,用于橡塑填充剂。现有技术的缺陷在于改性剂直接在橡塑制品生产中添加,用量大,在颗粒表面分布不均匀,研磨过程能耗高、颗粒不呈球形且有锋利的刃口,氧化铁残留量大,以及生产工艺或加工设备密封不良引起细颗粒向大气中飘扬等,从而严重影响其填充的效果以及制品的外观和品质,如橡胶表面喷霜、力学强度下降等,并严重制约了改性粉煤灰的规模化生产和在橡塑工业中的推广使用。如专利 CN 1156334C 所公开的粉煤灰微、纳米级粒料分段提取的方法和装置,但仍没有解决粉煤灰颗粒表面改性的问题,仍然影响其在橡塑中直接添加使用的效果。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于,克服现有技术以上缺陷,提供一种改性粉煤灰的制备方法,以粉煤灰为原料,通过风选分级和表面喷雾化学改性一体化工艺处理,制得改性粉煤灰。本发明方法制得的改性粉煤灰作为橡胶填料,可全部取代轻质碳酸钙、滑石粉、纳米钙或部分取

代碳黑充填在橡胶制品中。

[0005] 本发明提供了一种改性粉煤灰的制备方法,在密闭负压系统中,以粉煤灰为原料,在对所述粉煤灰颗粒进行风选分级处理的同时,对分选出的细颗粒和极细颗粒进行喷雾表面化学改性处理,经加热、干燥后得到目的产物改性粉煤灰。

[0006] 本发明中,所述细颗粒的粒径为 800 目以上;所述超细颗粒的粒径为 1000 目以上;所述极细颗粒的粒径为 3000 目以上。

[0007] 本发明中,所述风选分级是在密闭负压的分选设备中进行;所述分选设备包括第一级分选机、第二级分选机、第三级分选机。

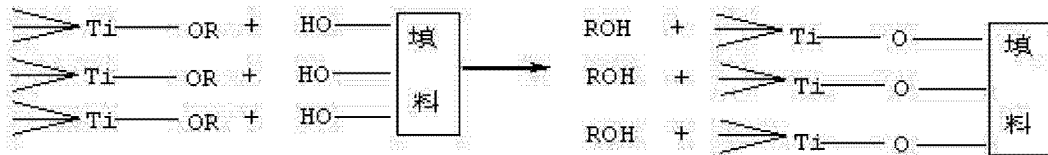
[0008] 本发明中,所述风选分级是通过切换旋气流并调节每级分选机的风力大小,在第一级分选机中分出粗颗粒,在第二级分选机中分出细颗粒,在第三级分选机中分出极细颗粒。

[0009] 本发明中,所述喷雾表面化学改性处理是在第二级分选机和第三级分选机中进行,由设置在所述第二级分选机和第三级分选机中的至少一个喷头向所述细颗粒和极细颗粒的表面直接喷洒改性剂。

[0010] 本发明中,进一步地,将经所述喷雾表面化学改性处理之后的所述细颗粒和极细颗粒导入捏合机中进行搅拌、捏合和加热处理,强化表面偶联。

[0011] 本发明中,进一步地在所述捏合机顶部设置至少一个喷头。

[0012] 本发明中,表面化学改性是指粉煤灰表面富含羟基基团,它们可以与偶联剂如单烷氧基脂肪酸型钛酸酯偶联剂  $[i-C_3H_7OTi(OCOR)_3]$  中的亲无机相(短碳链烷基)发生化学键合作用,包附在粉煤灰颗粒表面,在无机填料和有机聚合物之间形成化学桥键,使偶联剂具有表面改性效果。其偶联机理如下所示:



本发明中,所述改性剂是偶联剂雾状分散液。所述偶联剂是硅烷、铝酸酯、钛酸酯、锆酸酯之任意一种或两种以上混合;其用量为所述粉煤灰重量的 0.2-3%。所述分散液是溶剂油、酒精、三乙醇胺、环氧大豆油、烯丙氧基环氧丙烷、缩水甘油醚之任意一种或两种以上混合;其用量为所述粉煤灰重量的 0.5-5%。

[0013] 进一步地,在所述第二级分选机中,对所述 800 目以上的细颗粒进一步分选得到超细颗粒;所述超细颗粒的粒径为 1200 目或 2000 目。

[0014] 本发明中,进一步通过磁选方法从所述粗颗粒中得到磁铁原料。

[0015] 本发明还提供了一种根据权利要求 1 所述的制备方法制备得到的改性粉煤灰,其颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,活化指数很高,活化指数很高大于 0.9,疏水性强,与有机聚合物之间相容性好,可用作橡胶制品的填充料。

[0016] 本发明还提供一种粉煤灰分选及改性装置,在密闭负压状态下,该装置专门用于在分选粉煤灰颗粒的同时对该颗粒表面进行改性。所述装置包括用于分选粉煤灰颗粒的分选设备、以及设置在分选设备的顶部和/或四周的至少一个喷头,该喷头用于向分选设备中的粉煤灰颗粒的表面直接喷洒化学改性剂。

[0017] 本发明粉煤灰分选及改性装置用于在分选粉煤灰颗粒的同时对该颗粒表面进行改性,包括:第一级分选机、第二级分选机、第三级分选机、不同功率(0.5-100 千瓦)的风机和气泵;以及分布在所述第二级分选机和第三级分选机中的至少一个喷头,其设置在分选设备的顶部和/或四周,用于向分选设备中的粉煤灰颗粒的表面直接喷洒改性剂;以及分别与所述第二级分选机和第三级分选机密封连接的捏合机或高速搅拌机,用于强化偶联剂与颗粒表面的化学结合和偶联作用的效果。

[0018] 与现有技术相比较,本发明的有益效果包括:粉煤灰的风选分级是在密闭设备的负压系统中进行,无粉尘向大气中飘扬,无需高能耗的研磨处理,是一种节能环保的生产工艺。采用喷雾工艺对风选分级后的粉煤灰进行表面化学改性处理,并将风选分级和改性处理这两个重要步骤集成在一个设备中进行,实现分级和改性一体化协同操作,既能优化设备,又能使偶联剂均匀分散在颗粒表面,为减少偶联剂用量、满足偶联和填充效果提供了保证。采用本发明风选分级和表面喷雾化学改性工艺一体化处理得到的改性粉煤灰,生产量大,可达千吨级至万吨级的生产规模,具有工业应用的示范效果和推广价值。

[0019] 通过调节风力大小对粉煤灰进行风选分级,可以得到多种超细粒度的级分,能够满足不同种类和品质的橡胶制品对填充料的需求。本发明制得的改性粉煤灰尤其适合于用作电缆等高品质橡胶制品的填充料,可以替代轻质碳酸钙、纳米碳酸钙或滑石粉。此外,经过风选分级所得到的粉煤灰极细粒度(3000 目以上或 4 微米以下)级分经过改性处理后,可以部分替代碳黑,其作为填充料对橡胶制品具有补强作用,极大地提高了粉煤灰的经济价值。

[0020] 本发明中,在对粉煤灰进行风选分级时,首先将影响填充效果的粗颗粒和磁性氧化铁分离并收集在第一个级分中,达到兴利除弊的目的。粗颗粒可用于建筑砖块的制造,磁性氧化铁可直接用于橡塑制品的磁性填充料,或进一步通过磁选获得高品位的磁铁原料,极大地提升其附加值,真正做到物尽其用、变废为宝。

## 附图说明

[0021] 图 1 为本发明制备方法的工艺流程示意图。

## 具体实施方式

[0022] 结合以下具体实施例和附图,对本发明作进一步详细说明,本发明的保护内容不局限于以下实施例。在不背离发明构思的精神和范围下,本领域技术人员能够想到的变化和优点都被包括在本发明中,并且以所附的权利要求书为保护范围。实施本发明的过程、条件、试剂、实验方法等,除以下专门提及的内容之外,均为本领域的普遍知识和公知常识,本发明不作特别限制内容。

[0023] 本发明制备方法,将超细粉煤灰(可作为橡胶填料)的风选分级和表面喷雾化学改性工艺一体化。本发明方法中,粉煤灰在密闭设备的负压系统中按照颗粒组成、密度和粒径不同进行风选分级,分别收集得到富含氧化铁的粗颗粒、800 目细颗粒(粒径 18 微米)至 2000 目(粒径 6.5 微米)的超细颗粒、以及 3000 目以上(粒径 4 微米以下)的极细颗粒等多个级分;由安装在风选设备或捏合机上的计量喷头直接向颗粒表面喷洒偶联剂雾状分散液,使得粉煤灰的表面改性跟颗粒分级同步完成;经搅拌、捏合和加热处理,强化表面偶联

效果,再于管道中经热风或微波干燥,除去水、分散液等挥发性成分,得到超细改性粉煤灰产品。

[0024] 本发明具体过程是:粉煤灰的风选分级在密闭设备的负压系统中进行,通过旋气流切换、每级分选机内风机功率即转速改变和二次风力大小调节,依据颗粒组成、密度和粒径不同,分别收集得到富含氧化铁的粗颗粒(占原粉煤灰重量的 15-50%)、800 目至 2000 目的细颗粒(占原粉煤灰重量的 40-70%)、以及 3000 目以上的极细颗粒(占原粉煤灰重量的 10-15%)。粉煤灰的表面喷雾化学改性,由安装在第二级风选设备、第三级风选设备的顶部及周围不同角度或安装在捏合机顶部的多个计量喷头向颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液来实现。颗粒表面改性过程与风选分级过程是同步完成。表面偶联后,将不同颗粒细度的粉煤灰分别经搅拌、捏合和加热处理,例如,导入捏合机中于 50-100℃加热处理 5-30 分钟,再于管道中经热风、红外、电磁或微波加热干燥,除去水、分散液等挥发性成分,得到表面偶联作用效果被强化的改性粉煤灰颗粒物。冷却后包装,得到高品质或具有半补强作用的超细粉煤灰橡胶填充剂产品。

[0025] 本发明制备方法中的化学改性剂是偶联剂雾状分散液,其中,偶联剂包括硅烷、铝酸酯、钛酸酯、锆酸酯中的一种或几种复合。分散液包括溶剂油、酒精、乙酸乙酯、三乙醇胺、环氧大豆油、烯丙氧基环氧丙烷、缩水甘油醚中的一种或几种混合。

[0026] 本发明制备方法中,通过旋气流切换和风力调节的工艺改变,在第二级分选机中还可以细分,并分别得到 800 目、1200 目或 2000 目等多个级分的细颗粒或超细颗粒。

[0027] 本发明方法制得的改性粉煤灰,其颗粒细度选择范围宽(800 目至 3000 目以上),颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,疏水性强(活化指数大于 0.9),与聚合物基体相容性好,分散和储存稳定性高,适合于聚合物尤其是橡胶制品的填充。

[0028] 以本发明方法制得的改性粉煤灰作为橡胶填料,制得橡胶制品,其配方为:橡胶 15-20 份,改性粉煤灰 10-30 份,炭黑 2-6 份,氧化镁 2-5 份,石蜡 0.5-1 份,偏苯三酸三辛酯 2-4 份,橡胶油 0.5-1 份,过氧化二异丙苯 0.5-1 份,三烯丙基异氰尿酸酯 0.3-0.6 份,氧化锌 0.5-1 份,硬脂酸 0.2-0.5 份,防老剂 0.2-0.5 份。

[0029] 上述配方中,所述橡胶为:氯化聚乙烯橡胶、天然橡胶、丁苯橡胶、顺丁橡胶、氯丁橡胶、丁基橡胶、丁腈橡胶、异戊橡胶、三元乙丙胶中的一种或两种以上混合。

[0030] 上述配方中,本发明方法制得的改性粉煤灰为:800 目、1200 目、2000 目、或 3000 目粉煤灰颗粒之一或两种以上混合。

[0031] 实施例 1

如图 1 所示,将粉煤灰储料罐中的粉煤灰用压缩空气送入气料混合器中,在引风机的抽吸作用下,粉煤灰颗粒经管道随空气流导入旋气流分选机,在密闭设备的负压系统中进行风选分级。旋气流分选机包括第一级分选机、第二级分选机、第三级分选机。

[0032] 切换气流,控制风机较小的抽吸力,使粗颗粒在第一级分选机中螺旋下降,经排出口排出并储存在容器中(约占原灰重量的 15%)。该粗颗粒为富含磁性氧化铁的级分,可直接用作磁性填充料,或进一步通过磁选获得高品位的磁铁原料。

[0033] 控制本级风机较大的抽吸力,800 目以上的细颗粒进入第二级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 70%),由安装在第二级风选机顶部及周围的不同角度的多个计量喷头同

步向细颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液(每吨粉煤灰用 5 公斤的硅烷偶联剂和钛酸酯偶联剂、以及 5 公斤溶剂油和环氧大豆油的混合液),并进入捏合机中于 80℃加热处理 15 分钟,再于管道中经热风干燥,冷却后包装,得到目的产物改性粉煤灰,可作为橡胶填充剂产品。

[0034] 同时,3000 目以上的极细颗粒进入第三级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 15%),由安装在第三级风选机顶部及周围的不同角度的多个计量喷头同步向极细颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液(每吨粉煤灰用 20 公斤的硅烷偶联剂和钛酸酯偶联剂、以及 20 公斤溶剂油和环氧大豆油的混合液),并进入捏合机中于 100℃加热处理 30 分钟,再于管道中经热风干燥,冷却后包装,得到改性粉煤灰,可作为具有半补强作用的高品质粉煤灰橡胶填充剂产品。

[0035] 本实施例制得的改性粉煤灰,以 800 目以上的细颗粒为主要级分,其表面被偶联剂覆盖较完整,可用于中档橡胶制品的填充料。本实施例制得的改性粉煤灰,其颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,疏水性强,活化指数达到 0.90。

#### [0036] 实施例 2

参考图 1,将储料罐中的粉煤灰用压缩空气送入气料混合器中,在引风机的抽吸作用下经管道随空气流导入旋气流分选机,调控本级风机的抽吸力较实施例 1 中相应的风力稍大,粗颗粒在第一级分选机中螺旋下降,经排放口排出并储存在容器中(约占原灰重量的 30%)。

[0037] 参考实施例 1,进一步地,通过旋气流切换和保持本级风机的抽吸力与实施例 1 中相应的风力大小基本一致,在第二级分选机中细分得到 1200 目以上超细颗粒。1200 目以上超细颗粒进入第二级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 60%),由安装在第二级风选机顶部周围不同角度的多个计量喷头同步向颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液(每吨粉煤灰用 10 公斤的钛酸酯偶联剂和铝酸酯偶联剂、10 公斤的酒精、三乙醇胺和烯丙氧基环氧丙烷的混合液),并进入捏合机中 100℃加热处理 20 分钟,再于管道中经微波加热干燥,冷却后包装,得到改性粉煤灰,可作为橡胶填充剂产品。

[0038] 3000 目以上的极细颗粒进入第三级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 10%),用相同方式在第三级分选机中对极细颗粒作改性处理,得到改性粉煤灰,可作为具有半补强作用的高品质粉煤灰橡胶填充剂产品。本实施例制得的改性粉煤灰,其颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,疏水性强,活化指数达到 0.92。

[0039] 本实施例制得的改性粉煤灰,以 1200 目以上的超细颗粒为主要级分,其表面被偶联剂覆盖完整,可用于中高档橡胶制品的填充料。

#### [0040] 实施例 3

将储料罐中的粉煤灰用压缩空气送入气料混合器中,在引风机的抽吸作用下经管道随空气流导入旋气流分选机,调控本级风机的抽吸力较实施例 2 中相应的风力更大,粗颗粒在第一级分选机中螺旋下降,经排放口排出并储存在容器中(约占原灰重量的 50%)。

[0041] 参考实施例 1,进一步地,通过旋气流切换和保持本级风机的抽吸力与实施例 1 中相应的风力大小基本一致的工艺条件,在第二级分选机中细分得到 2000 目以上超细颗粒。2000 目以上超细颗粒进入第二级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 40%),由安装在第二级风选机顶部周围不同角度的多个计量喷头同步向颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液

(每吨粉煤灰用 15 公斤的锆酸酯偶联剂和铝酸酯偶联剂、15 公斤的酒精和缩水甘油醚的混合液),并进入捏合机中于 80℃加热处理 30 分钟,再于管道中经热风干燥,冷却后包装,得到改性粉煤灰,可作为橡胶填充剂产品。

[0042] 3000 目以上的极细颗粒进入第三级分选机中螺旋下降(约占原灰重量的 10%),用相同方法在第三级分选机中对极细颗粒作改性处理,得到改性粉煤灰,可作为具有半补强作用的高品质粉煤灰橡胶填充剂产品。本实施例制得的改性粉煤灰,其颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,疏水性强,活化指数达到 0.93。

[0043] 本实施例中,制得的改性粉煤灰,以 2000 目以上的超细颗粒为主要级分,其表面被偶联剂覆盖完整,可用于高档橡胶制品的填充料。在第一级分选机中收集得到的约占原灰重量的 50% 的粗颗粒,还可以经过二次分选,得到 800 目以上的细颗粒产品。

#### [0044] 实施例 4

本实施例中,其它工艺过程和处理方法与实施例 1-3 相同,由安装在捏合机顶部的多个计量喷头同步向颗粒表面直接喷洒偶联剂雾状分散液。

[0045] 本实施例制得的改性粉煤灰,其颗粒表面化学键合一种或一种以上饱和或不饱和结构的有机基团,疏水性强,活化指数达到 0.91。

#### [0046] 实施例 5

制备橡胶制品,其配方为:氯化聚乙烯橡胶 16 份,本发明制备方法制得的改性粉煤灰 21 份,炭黑 3 份,氧化镁 2 份,石蜡 0.6 份,偏苯三酸三辛酯 2.5 份,橡胶油 0.8 份,过氧化二异丙苯 0.5 份,三烯丙基异氰尿酸酯 0.3 份。将上述配方量的各物料加入到混炼机中,于 90℃下混炼 7 分钟,再开炼 2 分钟至片状,于 170℃硫化 3 分钟,所制得的产品拉伸强度为 9.7MPa,断裂伸长率为 400%。

[0047] 作为比较,以未改性粉煤灰用作填充料时,其制品的拉伸强度为 7.5MPa,断裂伸长率为 460%。以滑石粉用作填充料时,其制品的拉伸强度为 8.7MPa,断裂伸长率为 420%。

[0048] 经比较可见,本发明制备方法得到的改性粉煤灰,经改性处理增加了表面活性基团,使粉煤灰与橡胶基体之间的相容性和结合力增加,从而提高了橡胶的物理机械性能,具有很好的补强效果。

#### [0049] 实施例 6

制备橡胶制品,其配方为:天然橡胶 16 份,本发明制备方法得到的改性粉煤灰 30 份,炭黑 5 份,氧化锌 0.7 份,石蜡 0.2 份,硬脂酸 0.2 份,防老剂 0.2 份。将配方量的各物料加入到混炼机中,于 90℃下混炼 7 分钟,再开炼 2 分钟,调节至 4 毫米厚度的薄片。在温度为 180℃、压力为 15MPa 条件下,硫化 2 分钟。所制得的产品拉伸强度为 6.9MPa,断裂伸长率为 380%。

[0050] 作为比较,以未改性粉煤灰用作填充料时,其制品的拉伸强度为 5.5MPa,断裂伸长率为 430%。以轻质碳酸钙用作填充料时,其制品的拉伸强度为 6.6MPa,断裂伸长率为 370%。比较可见,按本发明制备方法制备得到的改性粉煤灰对天然橡胶有很好的补强作用。



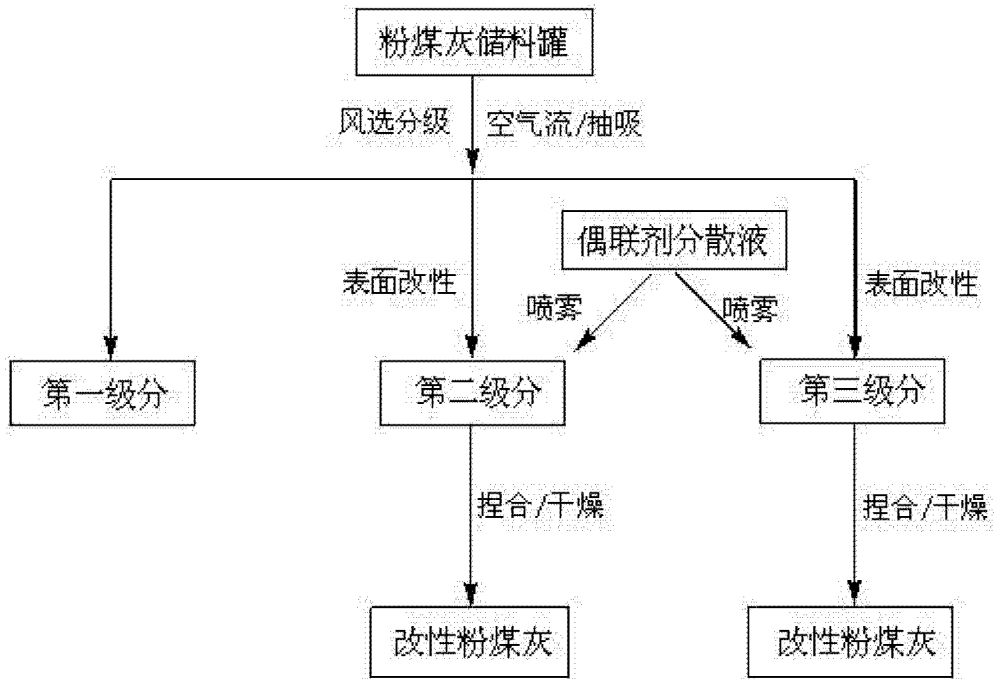


图 1