



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115627069 A

(43) 申请公布日 2023.01.20

(21) 申请号 202211297536.5

(22) 申请日 2022.10.22

(71) 申请人 营口理工学院

地址 115000 辽宁省营口市西市区博文路  
46号

(72) 发明人 陈红 朱宝伟 王晓丽 李闯  
左修源 郝爱军 李杰 卢福荣  
杨贺 李耕 孙钰敬楠

(74) 专利代理机构 沈阳一诺君科知识产权代理  
事务所(普通合伙) 21266

专利代理师 刘丽娟

(51) Int. Cl.

C08L 77/06 (2006.01)

C08K 9/04 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

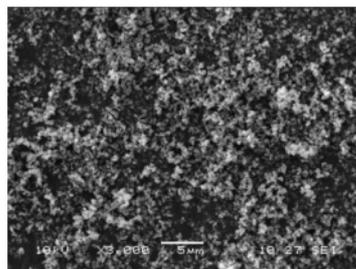
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66及其制备方法,由质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66组成;称取质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66在100-150℃烘箱中干燥5-9小时,干燥结束后采用双螺杆挤出机进行挤出造粒,即得改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。与现有技术相比,本发明利用双子表面活性剂,采用微乳液方法制备改性氢氧化镁,反应温度低、时间短、效果好;制得的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66阻燃效果明显增强。



1. 一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66, 其特征在于, 由质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66组成; 其中, 所述改性氢氧化镁的制备方法如下:

1) 分别取浓度为0.02-0.09mol/L的氢氧化钠水溶液、氢氧化钠水溶液重量5%~20%的乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠、氢氧化钠水溶液重量5%~15%的脂肪醇、六水合氯化镁、氢氧化钠水溶液重量5%~15%的OP-10, 将乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠、脂肪醇及六水合氯化镁放入烧杯A中并混合均匀; 将OP-10、氢氧化钠水溶液放入烧杯B中并混合均匀;

2) 将烧杯A、B分别放入水浴锅中加热, 分别加入搅拌器搅拌20-30min, 加热结束后, 将烧杯B中的溶液缓慢倒入烧杯A中, 采用乳化机乳化搅拌一段时间后停止搅拌;

3) 反应结束后分别用去离子水和无水乙醇洗涤三次, 抽滤;

4) 抽滤后自然干燥, 即得改性纳米氢氧化镁。

2. 根据权利要求1所述的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66, 其特征在于: 所述脂肪醇为C<sub>12-18</sub>醇。

3. 根据权利要求1所述的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66, 其特征在于: 所述水浴锅中加热温度为30-50℃。

4. 根据权利要求1所述的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66, 其特征在于: 乳化机乳化搅拌时间为20-60min。

5. 一种如权利要求1-4任一所述的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

称取质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66在100-150℃烘箱中干燥5-9小时, 干燥结束后采用双螺杆挤出机进行挤出造粒, 即得改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。

## 一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及功能性材料的制备技术领域,特别是一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 氢氧化镁作为一种无机填充型阻燃剂,其具备抑烟、无毒、无腐蚀、阻燃作用持久且价格低廉等优点。它是目前聚合物阻燃剂领域中最有前途的环保型阻燃剂之一,符合了全球可持续发展战略,是全球未来阻燃剂发展的必然趋势。然而,其表面极性高导致其易团聚、比表面积低、所需填充量大、在被填充材料中分散性差等问题严重影响了阻燃高分子材料的阻燃性及其热力学性能,因此对阻燃型氢氧化镁进行表面改性,并将改性的氢氧化镁用于尼龙66的阻燃中是非常有意义的。

[0003] 中国专利申请号CN201911384079.1公开了一种阻燃尼龙66材料及其制备方法,阻燃尼龙66材料由以下组分按重量份制备而成:尼龙66 100份;氢氧化镁5-10份;环戊烷四酸二酐1-3份;抗氧剂1098 0.3-0.5份;抗氧剂626 0.3-0.5;润滑剂0.5-1份。本发明使用了环戊烷四酸二酐来增加氢氧化镁的分散性能,增强了氢氧化镁与尼龙66的界面强度,在氢氧化镁添加量仅为5-10份时,依然能具有优异的阻燃能力。本发明产品尼龙66组合物的力学性能尤其是强度、抗冲击性能优异。

[0004] 虽然上述专利使用了改性的氢氧化镁用于尼龙66的阻燃,但是现有的改性工艺一般是采用成品氢氧化镁在水或者醇水体系中进行的,延长了生产流程,增加改性成本。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是要解决现有技术中存在的不足,提供一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66及其制备方法。

[0006] 为达到上述目的,本发明是按照以下技术方案实施的:

[0007] 一种改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66,由质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66组成;其中,所述改性氢氧化镁的制备方法如下:

[0008] 1) 分别取浓度为0.02-0.09mol/L的氢氧化钠水溶液、氢氧化钠水溶液重量5%~20%的乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠、氢氧化钠水溶液重量5%~15%的脂肪醇、六水合氯化镁、氢氧化钠水溶液重量5%~15%的OP-10,将乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠、脂肪醇及六水合氯化镁放入烧杯A中并混合均匀;将OP-10、氢氧化钠水溶液放入烧杯B中并混合均匀;

[0009] 2) 将烧杯A、B分别放入水浴锅中加热,分别加入搅拌器搅拌20-30min,加热结束后,将烧杯B中的溶液缓慢倒入烧杯A中,采用乳化机乳化搅拌一段时间后停止搅拌;

[0010] 3) 反应结束后分别用去离子水和无水乙醇洗涤三次,抽滤;

[0011] 4) 抽滤后自然干燥,即得改性纳米氢氧化镁。

[0012] 优选地,所述脂肪醇为C<sub>12-18</sub>醇。

[0013] 优选地,所述水浴锅中加热温度为30-50℃。

[0014] 优选地,乳化机乳化搅拌时间为20-60min。

[0015] 另外,本发明还提供了一种上述改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66制备方法,包括以下步骤:

[0016] 称取质量比为1:0.6-1.5的改性氢氧化镁粉体和尼龙66在100-150℃烘箱中干燥5-9小时,干燥结束后采用双螺杆挤出机进行挤出造粒,即得改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。

[0017] 与现有技术相比,本发明利用双子表面活性剂,采用微乳液方法制备改性氢氧化镁,反应温度低、时间短、效果好;制得的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66阻燃效果明显增强。

## 附图说明

[0018] 图1为本发明改性后的氢氧化镁扫描电镜图。

## 具体实施方式

[0019] 为使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步的详细说明。此处所描述的具体实施例仅用于解释本发明,并不用于限定发明。

[0020] 实施例1

[0021] 首先称取2g自制的乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠配制成0.02mol/L溶液、2g的棕榈醇配制成0.02mol/L溶液、40g的六水合氯化镁配制成0.04mol/L溶液,将上述三中溶液放入烧杯A中并混合均匀;再称取3g的OP-10配置成0.02mol/L溶液、量取20mL水及16g氢氧化钠配制0.08mol/L溶液放入烧杯B中并混合均匀。将充分混合的烧杯A溶液、烧杯B溶液分别放入水浴锅中加热,温度控制在30℃,采用乳化机乳化时间20min,反应结束后分别用去离子水和无水乙醇洗涤三次,抽滤。抽滤后自然干燥,即得改性的纳米氢氧化镁粉体。称取50份尼龙66和55份改性氢氧化镁在100℃烘箱中干燥7hr,干燥结束,采用双螺杆挤出机进行挤出造粒,既得具有阻燃作用的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。

[0022] 实施例2

[0023] 首先称取3g自制的乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠配制成0.03mol/L溶液、6g的棕榈醇配制成0.06mol/L溶液、40g的六水合氯化镁配制成0.04mol/L溶液,将上述三中溶液放入烧杯A中并混合均匀;再称取4g的OP-10配置成0.02mol/L溶液、量取20mL水及16g氢氧化钠配制0.08mol/L溶液放入烧杯B中并混合均匀。将充分混合的烧杯A溶液、烧杯B溶液分别放入水浴锅中加热,温度控制在20℃,采用乳化机乳化时间30min,反应结束后分别用去离子水和无水乙醇洗涤三次,抽滤。抽滤后自然干燥,即得改性的纳米氢氧化镁粉体。称取60份尼龙66和77份改性氢氧化镁在100℃烘箱中干燥7hr,干燥结束,采用双螺杆挤出机进行挤出造粒,既得具有阻燃作用的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。

[0024] 实施例3

[0025] 首先称取2g自制的乙二酰胺琥珀酸双月桂醇聚氧乙烯(12)酯磺酸钠配制成0.02mol/L溶液、2g的棕榈醇配制成0.02mol/L溶液、40g的六水合氯化镁配制成0.04mol/L溶液,将上述三中溶液放入烧杯A中并混合均匀;再称取3g的OP-10配置成0.02mol/L溶液、

量取15mL水及16g氢氧化钠配制0.08mol/L溶液放入烧杯B中并混合均匀。将充分混合的烧杯A溶液、烧杯B溶液分别放入水浴锅中加热,温度控制在30℃,采用乳化机乳化时间30min,反应结束后分别用去离子水和无水乙醇洗涤三次,抽滤。抽滤后自然干燥,即得改性的纳米氢氧化镁粉体。称取50份尼龙66和77份改性氢氧化镁在100℃烘箱中干燥7hr,干燥结束,采用双螺杆挤出机进行挤出造粒,既得具有阻燃作用的改性纳米氢氧化镁复合阻燃尼龙66。表1为改性后氢氧化镁的吸油值,表2为添加改性氢氧化镁后尼龙66阻燃性等性能的变化,表3为添加改性氢氧化镁后对尼龙66力学性能的影响。

[0026] 表1

改性氢氧化镁添加量 g/m	吸油值 g/ml
改性前	0.213
改性后	0.129

[0028] 表2

序号	改性氢氧化镁 (Phr)	尼龙66 (Phr)	UL-94	LOI (%)	熔液现象
1	0	100	-	23.5	有
2	20	100	V-2	28.5	无
3	22	100	V-2	30	无
4	24	100	V-1	31.5	无
5	26	100	V-0	33	无
6	28	100	V-0	33.5	无

[0030] 表3

实验号	拉伸强度 (MPa)	抗冲击强度 (kJ·m <sup>-2</sup> )	断裂伸长率 (%)
未添加	67.6	6.8	51.4
添加改性氢氧化镁	64.8	5.7	23.5

[0032] 由表1、表2、表3中看出,改性效果良好,与PA66相比较,添加了复合阻燃剂的PA66材料的明显增强,拉伸强度小幅下降,而断裂伸长率及缺口冲击强度有一定下降。

[0033] 本发明的技术方案不限于上述具体实施的限制,凡是根据本发明的技术方案做

出的技术变形,均落入本发明的保护范围之内。

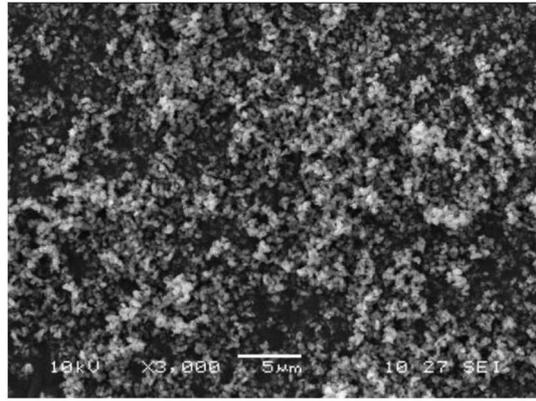


图1