



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109321021 A

(43)申请公布日 2019.02.12

(21)申请号 201811270667.8

(22)申请日 2018.10.29

(71)申请人 石家庄易辰防火保温材料有限公司

地址 050502 河北省石家庄市灵寿县燕川乡冯官庄村

(72)发明人 薛永刚 赵艳丽 李杰 桑绍雷

(74)专利代理机构 北京知迪知识产权代理有限公司 11628

代理人 王胜利

(51) Int. Cl.

C09D 5/18(2006.01)

C09D 7/62(2018.01)

C08K 9/00(2006.01)

C08K 7/26(2006.01)

C08K 9/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种防火型膨胀蛭石及其制备方法

(57)摘要

一种防火型膨胀蛭石的其制备方法,包括如下步骤:(1)对蛭石进行不完全膨胀煅烧:取蛭石原料进行除杂,并投入到温度为500-1000℃的回转炉中,加热膨胀10-20秒,出料后得到不完全膨胀蛭石,其堆积密度为800-1200kg/m<sup>3</sup>;(2)将不完全膨胀蛭石加入到溶剂中,充分搅拌并超声分散20-40分钟,得到蛭石悬浮液;(3)向蛭石悬浮液中加入防火改性剂,并进行超声分散40-60分钟;其中,防火改性剂由低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成;(4)将步骤(3)所得溶液进行离心分离,并将沉淀进行初步干燥从而得到防火型膨胀蛭石,该防火型膨胀蛭石具有良好的防火性能和抑烟性能。

1. 一种防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 对蛭石进行不完全膨胀煅烧:取蛭石原料进行除杂,并投入到温度为500-1000℃的回转炉中,加热膨胀10-20秒,出料后得到不完全膨胀蛭石,其堆积密度为800-1200kg/m<sup>3</sup>;

(2) 将不完全膨胀蛭石加入到溶剂中,充分搅拌并超声分散20-40分钟,得到蛭石悬浮液;

(3) 向蛭石悬浮液中加入防火改性剂,并进行超声分散40-60分钟;其中,防火改性剂由低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成;

(4) 将步骤(3)所得溶液进行离心分离,并将沉淀进行初步干燥从而得到防火型膨胀蛭石;

其中,碳源为季戊四醇、双季戊四醇、三季戊四醇,成炭催化剂为磷酸二氢铵、磷酸一氢铵,偏磷酸铵,次磷酸铵、亚磷酸铵、亚磷酸、偏磷酸和/或正磷酸,发泡剂为双氰胺、草酸铵、尿素或六次甲基四胺;

其中,按照质量比,不完全膨胀蛭石、碳源、成炭催化剂和发泡剂的重量比约为10:(1-2):(1-2):(0.5-1.5)。

2. 根据权利要求1所述的防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,回转炉工作温度为500-800℃,加热膨胀时间为12-15秒。

3. 根据权利要求2所述的防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,加热膨胀时间为13秒。

4. 根据权利要求1所述的防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,不完全膨胀蛭石的堆积密度为900-1100kg/m<sup>3</sup>。

5. 根据权利要求1所述的防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,不完全膨胀蛭石的堆积密度为950-1050/m<sup>3</sup>。

6. 根据权利要求1所述的防火型膨胀蛭石的其制备方法,其特征在于,干燥条件为自然晾干。

7. 一种防火型膨胀蛭石,其特征在于由权利要求1-6所述的制备方法制备得到。

## 一种防火型膨胀蛭石及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种防火型膨胀蛭石及其制备方法,可用于制备防火涂料、防火板,属于蛭石制备领域。

### 背景技术

[0002] 蛭石是一种复杂的含水铁镁硅酸盐类矿物,系由云母类矿物热液蚀变或风化作用形成的再生矿物。蛭石化学成分为 $(\text{Mg}, \text{Fe}, \text{Al})_3(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,但常变化不定,属单斜晶系,呈片状,硬度1~1.5,密度2400~2700kg/m<sup>3</sup>,薄片具挠性,其最重要的性质是加热会发生膨胀,在800~1000℃膨胀最大,膨胀倍数8~15倍,高者可达30倍。膨胀蛭石密度一般为80~200kg/m<sup>3</sup>,导热系数为0.047~0.07W/(m·K),吸音系数为0.50~0.63(频率为512Hz),耐火度为1300~1350℃。另外膨胀蛭石处在干燥状态下,具有很好的抗冻性,在-20℃时,经过15次冻融,其粒度组成不变。同时,又因其为无机物,故不受菌类侵蚀、不腐烂、不变质,也不易被虫蛀鼠咬。正因为有如此多优越的性能,其应用相当广泛。2蛭石的应用现状蛭石主要是用在建筑工业上,但在其它领域蛭石也有其独特的应用。膨胀蛭石的生产过程如下:将蛭石去杂质后,粉碎成1~2mm的颗粒,筛分除去细粉。将原料烘干(预热)后,放回转窑或立窑中对其进行膨化热处理,膨化热处理的热工制度对蛭石的膨化率有很大影响。一般是采用先把蛭石缓慢加热到100℃,然后,再迅速投入预先加热到1000℃的加热炉中,膨胀时间0.5~1.0min。膨化热处理后的蛭石经退火、冷却即成膨胀蛭石。从炉中出来的膨胀蛭石还需进行筛分,除去未膨胀的杂质颗粒。

[0003] 现有技术中对蛭石进行改性以获得更高的性能进行了一系列的尝试,如公告号为100404612的中国发明专利公开了一种“膨胀蛭石/聚丙烯酸钾-丙烯酰胺高吸水性复合材料的制备方法”,该方法直接用膨胀蛭石作为原料,通过丙烯酸钾、丙烯酰胺单体的接枝共聚反应,制备高吸水性复合材料;该方法采用常温下的膨胀蛭石为原料与有机物进行复合,制备出的材料具有疏油、亲水的特性,不能用于疏水材料领域。公告号为CN1800072A的中国发明专利申请公开了一种“干法快速制备插层型蛭石的方法”,它是以蛭石原矿为原料,经过气流磨粉碎,以季铵盐为插层剂,按照一定比例在100~180℃扭矩流变仪中直接干法合成季铵盐插层蛭石;该方法直接对未膨胀过的蛭石原料进行改性,其产品密度较大,在轻质填料、载体及有机复合填料等领域的应用受到限制。

[0004] 但是目前,采用蛭石作为防火功能填料加入到涂料或防火板中,仅仅是将膨胀蛭石直接加入或者与其他防火涂料如膨胀阻燃体系、含卤素阻燃体系一并使用,缺少对膨胀蛭石的防火改性研究。

### 发明内容

[0005] 本发明提供了一种防火型膨胀蛭石及其制备方法,制备方法包括如下步骤:

(1) 对蛭石进行不完全膨胀煅烧:取蛭石原料进行除杂,并投入到温度为500-1000℃的回转炉中,加热膨胀10-20秒,出料后得到不完全膨胀蛭石,确保其堆积密度为800-

1200kg/m<sup>3</sup>;

(2) 将不完全膨胀蛭石加入到溶剂中,充分搅拌并超声分散20-40分钟,得到蛭石悬浮液;

(3) 向蛭石悬浮液中加入防火改性剂,并进行超声分散40-60分钟;其中,防火改性剂由低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成;

(4) 将所得步骤(3)所得溶液进行离心分离,并将沉淀进行干燥从而得到防火型膨胀蛭石;

其中,碳源为季戊四醇、双季戊四醇、三季戊四醇,成炭催化剂为磷酸二氢铵、磷酸一氢铵,偏磷酸铵,次磷酸铵、亚磷酸铵、亚磷酸、偏磷酸和/或正磷酸,发泡剂为双氰胺、草酸铵、尿素或六次甲基四胺;

其中,按照质量比,不完全膨胀蛭石、碳源、成炭催化剂和发泡剂的重量比约为10:(1-2):(1-2):(0.5-1.5)。

[0006] 优选的,回转炉工作温度为500-800℃,优选的加热膨胀时间为12-15s,最优为13秒。

[0007] 优选的,不完全膨胀蛭石的堆积密度为900-1100kg/m<sup>3</sup>,最选为950-1050kg/m<sup>3</sup>。

[0008] 温度过高、加热膨胀时间过长,蛭石膨胀过度,松散堆积密度过小导致在火灾时无法发挥进一步膨胀吸热防火作用;温度过低,加热膨胀时间过短,蛭石膨胀不够充分,不利于防火改性剂的插入,不足量的防火改性剂无法发挥与膨胀蛭石的协同防火抑烟作用。

[0009] 优选的,干燥条件为25℃自然晾干。温度过高,导致小分子防火改性剂的过度挥发,温度不够,蛭石表面附有大量溶剂,会导致不完全膨胀蛭石在涂料中的分散不均匀问题。

[0010] 采用上述技术方案后,本发明至少具有如下有益效果:蛭石进行不完全膨胀后,低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成的膨胀型改性剂得以进入不完全膨胀蛭石层间,在防火型蛭石置于火灾等高温环境时,低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成的膨胀型改性剂和不完全膨胀蛭石同时膨胀,前者形成受热膨胀发泡,形成碳质泡沫隔热层封闭被保护的物体,延迟热量与基材的传递,阻止物体着火燃烧或因温度升高而造成的强度下降,同时,膨胀蛭石与其同步膨胀,与碳质泡沫形成有机整体,加强了碳质泡沫的密闭性、隔热性和隔热强度,进而发挥阻止隔热和强度下降的作用,二者发生协同作用,产生了预料不到的技术效果。实验证明,插层改性的不完全膨胀蛭石防火性能完全优于将不完全膨胀蛭石和碳源、成炭催化剂和发泡剂组成的膨胀型防火剂直接简单共混的技术方案。

[0011] 其次,将膨胀型防火填料插层进入不完全膨胀蛭石,蛭石不仅能催化炭层在高温下形成更多的残炭,减少了可燃性逸出物质的生成和热量的传递,同时,其进一步将可逸出的炭固体颗粒封闭在蛭石层间,起到了很好的抑烟效果。

## 具体实施方式

[0012] 下面结合具体实施例对发明的技术方案进行详细说明。

[0013] 实施例1

防火型膨胀蛭石A制备方法包括如下步骤:(1) 对蛭石进行不完全膨胀煅烧:取蛭石原料进行除杂,并投入到温度为700℃的回转炉中,加热膨胀13秒,出料后得到不完全膨胀蛭

石,其密度为堆积密度为1000kg/m<sup>3</sup>;

(2)将不完全膨胀蛭石加入到溶剂中,充分搅拌并超声分散30分钟,得到蛭石悬浮液,溶剂为乙醇;

(3)向蛭石悬浮液中加入防火改性剂,并进行超声分散50分钟;其中,防火改性剂由低分子类碳源、成炭催化剂和发泡剂组成,其中碳源为季戊四醇,成炭催化剂为磷酸二氢铵,发泡剂为草酸铵,不完全膨胀蛭石、碳源、成炭催化剂和发泡剂的重量比为10:2:2:1;

(4)将所得步骤(3)所得溶液进行离心分离,并将沉淀进行干燥从而得到防火型膨胀蛭石A。

#### [0014] 实施例2

在实施例1的基础上,改变蛭石加热膨胀时间和温度,使得步骤(1)得到的膨胀蛭石堆积密度为200 kg/m<sup>3</sup>,其他制备步骤相同,得到改性膨胀蛭石B。

#### [0015] 实施例3

在实施例1的基础上,改变蛭石加热膨胀时间和温度,使得步骤(1)得到的膨胀蛭石堆积密度为2000 kg/m<sup>3</sup>,其他制备步骤相同,得到改性膨胀蛭石C。

#### [0016] 实施例4

将实施例1步骤(1)得到的不完全膨胀蛭石与碳源、成炭催化剂和发泡剂采用高速分散剂直接进行共混,重量比为10:2:2:1,得到直接共混改性膨胀蛭石D。

#### [0017] 实施例5

按照重量百分比,将改性膨胀蛭石10%、涂料助剂和填料20%,聚氨酯乳液50%和自来水20%在高速分散机中以1000转/分钟进行搅拌得到防火涂料,通过采用实施例1-4制备得到的改性膨胀蛭石A、B、C、D从而得到防火涂料A、B、C、D。

#### [0018] 防火性能测试

将其涂在打磨处理过的150mm×150mm×4mm木板上,每次涂0.2毫米厚左右,涂刷间隔1天,涂5次使木板涂层厚度为(1±0.05)毫米左右,在35℃烘箱中鼓风烘干。将测试样板放在铁圈上,涂层面朝下,铁圈与酒精喷灯口垂直距离为7厘米,待火焰温度升到1000℃时,将喷灯移到测试样板下燃烧防火涂层,并将用保温材料包裹的温度传感器头固定于木板背火面每5分钟记录一次背面温度。燃烧测试时间为80分钟。

[0019] 烟密度测试根据GB/T 8627-2007进行测试,其中样品尺寸25.4mm×25.4mm×4.0mm。

[0020] 根据GB 12441-2005《饰面型防火涂料》测试火焰传播比值

表1 防火涂料性能

样品类型	改性膨胀蛭石类型	背火温度	残炭量	火焰传播比值
涂料1	改性膨胀蛭石A	55	36%	12
涂料2	改性膨胀蛭石B	67	28%	19
涂料3	改性膨胀蛭石C	69	27%	20
涂料4	改性膨胀蛭石D	76	24%	24

由此可见,添加了特殊工艺改性过的膨胀蛭石的防火涂料的阻燃性能与添加直接共混改性的膨胀蛭石的防火涂料的阻燃性能相比具有大幅度提升。