

# 阻燃剂 MCA 的合成与应用

杨锦飞<sup>1</sup>, 杨建伟<sup>1</sup>, 刘维俭<sup>2</sup>

(1. 南京师范大学化学与环境科学学院, 210097, 南京)  
(2. 常州师范专科学校, 213022, 常州)

目前, 人们不仅要求阻燃剂具有优良的阻燃性能, 还要求提高它的抑烟性能和减少材料燃烧时有毒气体的释放, 同时又不会恶化材料的各种使用性能. 以三聚氰胺为母体的阻燃剂则以优异的阻燃性, 耐久性和耐侯性以及少烟低毒等特性成为阻燃剂家庭的一支新秀<sup>[1, 2]</sup>.

氰尿酸三聚氰胺(MCA) 作为阻燃剂, 可广泛用于橡胶、塑料、尼龙、环氧树脂、丙烯酸乳液, 它还是一种润滑效果极佳的添加剂<sup>[3, 4]</sup>.

## 1 实验方法

### 1.1 试剂

三聚氰胺, 工业品, 99. 9%, 上海涤纶化工技术有限公司; 氰尿酸, 工业品, ≥98%, 江苏南通振南精细化工有限公司; 溶剂为混合型弱酸性溶剂, 自制.

### 1.2 仪器

D-7401 型电动搅拌器, 天津华兴科学仪器厂; 标准磨口四颈瓶, 天津玻璃仪器厂; HG101-3 型干燥箱, 南京实验仪器厂.

### 1.3 实验步骤

将三聚氰胺投入四颈瓶中, 加入溶剂, 加热使其溶解, 然后再分批加入氰尿酸, 控制一定温度反应一段时间后停止加热, 此间有大量固体析出. 过滤, 滤液回收循环使用. 固体产品用水洗涤, 干燥, 研磨, 称量, 计算产率.

## 2 结果与讨论

### 2.1 产品质量见表 1

表 1 产品质量

检测项目	检测结果	国外产品结果
外观	白色结晶粉末	白色结晶粉末
分解温度/℃	> 440	> 400
残留三聚氰胺/ %	< 0. 3	< 0. 3
残留氰尿酸/ %	< 0. 2	< 0. 2
pH	6~ 7	5~ 6

结果表明: 该产品分解温度、pH 值、残留氰尿酸等指标优于或相同于国外产品.

2.2 最佳酸碱物质的量之比的确定

该制备反应是一种酸碱反应, 增大氰尿酸与三聚氰胺的物质的量之比有利于提高产品产率. 但原料物质的量之比过高, 则会导致原料的浪费及加大后处理工作量. 实验中, 固定三聚氰胺为 0.05 mol, 改变氰尿酸用量, 控制在一定的回流温度下反应一定时间后取料进行分析. 考察反应原料物质的量之比对反应的影响, 结果列于表 2.

由表 2 可见, 随着物质的量之比的增加, 产品产率相应提高. 当比值增加到 1.05 以上, 产率变化不大, 因此 1.05 是最佳物质的量之比.

2.3 温度对产品产率的影响

MCA 需在一定的温度下合成, 温度对产品产率有较大的影响. 作者考察了不同温度下反应所得的产率. 结果见表 3.

试验结果表明: 温度低, 反应不易发生; 温度太高则有可能引起氰尿酸的分解, 因此反应温度控制在 80~ 120 ℃为宜.

2.4 反应时间的影响

产品产率随时间增长而增加, 反应时间短, 收率低, 但时间太长, 对产品色泽有影响, 经多次实验结果见表 4.

试验结果表明反应时间控制在 8~ 10 h 为宜.

2.5 溶剂的选择

由于两个原料都是固体, 需寻找一个适当的介质既能使他们溶解, 又能在一定的温度下有利于反应的进行. 还要考虑产品在此介质中冷却时不溶解或溶解度很小. 作者分别对常见的非质子溶剂、质子性溶剂、水和混合型弱酸性溶剂进行了对比实验. 实验结果见表 5.

实验结果说明混合型弱酸性溶剂产率高.

3 应用实例与阻燃性能

3.1 仪器

MD50-100 型混炼机, 南京科亚公司; STSH37 型双螺杆挤出机, 南京橡塑机械厂; JF-3 型氧指数测定仪, 南京江宁分析仪器厂; CZF-3 型水平垂直燃烧测定仪, 南京江宁分析仪器厂.

3.2 应用实例

3.2.1 阻燃性酚醛树脂泡沫料

100 份(指重量份数, 下同) 75% 酚醛树脂(粘度 5.8 Pa·S), 聚乙二醇表面活性剂 2 份, MCA 10 份, 发泡剂 10 份和 20 份 63% HOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>H(粘度 3.4 Pa·S), 经混和发泡制成泡沫塑料, 其氧指数可达 52.

3.2.2 阻燃增塑聚氯乙烯人造革

聚氯乙烯 100 份, 邻苯二甲酸酯 52 份, MCA 10 份, 硬脂酸盐 2 份, 氯化石蜡 10 份, 在 160 ℃温度的混炼辊中混炼压制成型, 氧指数达 30.

3.2.3 阻燃 PA

100 份 PA 66, 氟化合成云母 5 份, MCA 3.3 份, 阻燃性能达 UL94V-0 级.

表 2 原料物质的量之比对产品产率的影响

氰尿酸: 三聚氰胺/mol	产率/%
1.0	86.75
1.05	96.34
1.10	96.50
1.15	96.48

表 3 温度对产率的影响

序号	温度/℃	产率/%
1	40~ 60	少量
2	60~ 80	25.46
3	80~ 100	95.87
4	100~ 120	96.15
5	120~ 140	82.73

表 4 反应时间对产品产率的影响

序号	时间/h	产率/%
1	5~ 6	68.54
2	6~ 8	80.78
3	8~ 10	96.38
4	10~ 12	96.42

表 5 溶剂对反应的影响

序号	溶剂	收率/%
1	乙醇	58.36
2	甲苯	46.57
3	水	69.72
4	弱酸性混合溶剂	96.13

### 3.2.4 阻燃 PBT

100 份 PBT, 氟化合成云母 5 份, MCA 5 份, 阻燃性能达 UL94V-0 级.

## 4 结论

选择弱酸性混合溶剂, 反应原料物质的量之比 1.05, 控制反应温度 80~120 °C, 反应时间 8~10 h, 可得到质量好, 产率高的 MCA. MCA 用于聚氯乙烯、酚醛树脂以及 PA、PBT 等工程塑料. 阻燃效果优良.

### [参考文献]

- [1] 欧育湘. 阻燃剂-制造, 性能及应用[M] 北京. 兵器工业出版社 1997, 139.
- [2] Tokyo, Kolo. Fireproofed light-resistant polyolefin composition. Japan. [P], 141792. 1998. 10. 27.
- [3] Tanaka, Shinya Combination of melamine derivatives for fireproofing agent for thermoplastic polymers. Japan. [P], 55587. 1998. 4. 23.
- [4] Boelens Chris. Melamine-based flame retardants, US. [P]. 4727102. 1990. 10. 5.

[责任编辑: 严海琳]