

Наночастицы антипирена гидроксида магния и способ их производства

Настоящее изобретение относится к химической технологии, а
5 именно, к наночастицам антипирена гидроксида магния и способу их производства.

Гидроксид магния, также как и гидроксид алюминия, вызывает
большой интерес для применения его в качестве антипирена. Разложение
гидроксида магния на оксид магния и воду начинается при 300-320 °С, что
10 на 100 °С выше, чем разложение гидроксида алюминия. Вследствие того,
что гидроксид алюминия является амфотерным веществом, он не
взаимодействует с хлороводородом, выделяющимся при сгорании ПВХ.
Гидроксид магния является слабым основанием и взаимодействует с
хлороводородом, выделяющимся при термораспаде ПВХ.
15 Экспериментально доказано, что дымовыделение ПВХ композиций,
содержащих гидроксид магния, заметно ниже, чем композиций с
гидроксидом алюминия. Это объясняется тем, что продукт взаимодействия
гидроксида магния с хлороводородом - хлорид магния - катализирует
процессы сшивки полиеновых цепей, образовавшихся после отщепления
20 хлороводорода, что подавляет образование летучих ароматических
углеводородов типа бензола и толуола, способствующих
дымообразованию. Таким образом, если брать в совокупности влияние
гидроксида алюминия и гидроксида магния на те характеристики, по
которым оценивают качество кабельных композиций пониженной
25 горючести, а именно величину кислородного индекса, количество
выделяющегося хлороводорода и оптическую плотность дыма, то можно с
уверенностью заключить, что гидроксид магния имеет значительное
преимущество перед гидроксидом алюминия. [Смелков С.И., Рябиков А.И.
Ильин В.И. Снижение пожарной опасности кабельных изделий с
30 изоляцией и оболочками из ПВХ материалов //Пожарная безопасность.

2011, №2, с.66-72.] Это является основанием для применения гидроксида магния в качестве дымоподавляющего нетоксичного замедлителя горения в пластмассах, каучуках и других материалах.

Однако, введение гидроксида магния в полимерную матрицу в количестве, достаточном для замедления горения, которое составляет порядка 60 % масс, и более, приводит к снижению механических свойств полимеров и технологичности процесса их получения [Huaqiang Cao, He Zheng, Jiefu Yin и др. Mg(OH)₂ complex nanostructures with superhydrophobicity and flame retardant effects// Journal Phys. Chem. C 2010, 114, с. 17362- 17368]. Для применения гидроксида магния в качестве наполнителя - антипирена в полимерных матрицах без снижения механических свойств полимеров и технологичности процесса необходимо, чтобы его удельная площадь поверхности, определенная методом БЭТ, не превышала 20 м²/г, предпочтительнее 15 м²/г, средний диаметр вторичных частиц, определенный методом лазерной дифракции, составлял не более 5 мкм, предпочтительнее 2 мкм. Снижение размеров первичных частиц позволяет добиться более равномерного распределения частиц наполнителя в полимерной матрице. Кроме того, гидроксид магния благодаря пластинчатой форме частиц и высокому характеристическому отношению их геометрических характеристик, потенциально является усиливающим наполнителем для полимеров. Следует отметить, что для применения гидроксида магния в качестве наполнителя - антипирена в полимерах массовая доля примесей, таких как хлориды, кальций, железо и прочие должна быть строго ограничена.

Поверхностная обработка частиц гидроксида магния позволяет добиться лучшей совместимости неорганических частиц с полимерной матрицей, а также улучшает равномерность физических свойств композитов, повышает стойкость готовых изделий к влаге и температурному воздействию.

Известно, что кристаллы гидроксида магния, в особенности тонкие

гексагональные пластинчатые кристаллы, обычно имеют тенденцию к агрегированию с образованием агломератов (вторичных частиц) небольшого размера, что является причиной их низкой совместимости с органической матрицей и понижению механических свойств. Размеры и форма кристаллов, а также размеры и форма агломератов гидроксида магния, может быть изменена путем изменения условий кристаллизации. Дисперсность и удельная площадь поверхности гидроксида магния может быть значительно улучшена путем перекристаллизации с использованием процесса гидротермальной модификации [Jianmin Chen, Li Lin, Yunhua Song, Lei Shao. Influence of KOH on the hydrothermal modification of $Mg(OH)_2$ //Journal of Crystal Growth, 2009, 311, 2405-2408].

Авторами [патент EP 0365347, опубл. 25.04.1990 г] описан способ производства гидроксида магния, включающий нагревание основного хлорида или нитрата магния формулы $Mg(OH)_{2-x}A_xmH_2O$, в которой A представляет собой Cl или NO_3 , x имеет значение от 0 до 0,2 и m представляет собой число от 0 до 6, и имеющего интервалы 8,2 Å, 4,1 Å, 2,7 Å, 2,0 Å, 1,56 Å и 1,54 Å, измеренные методом рентгеновской дифракции, в реакционном маточном растворе указанного основного хлорида или нитрата магния при атмосферном давлении или ниже при температуре от 50 до 120 °C. Данным методом получают высокочистый и высокодисперсный гидроксид магния, имеющий средний диаметр вторичных частиц не более 1,5 мкм и диаметр 90 % вторичных частиц не более 4,0 мкм. Отмечено, что снижение диаметра вторичной частицы достигается за счет уменьшения размеров первичных частиц гидроксида магния и снижения количества первичных частиц, образующих вторичную частицу (агломерат первичных частиц). Однако, описанный гидроксид магния имеет удельную площадь поверхности 20-50 м²/г, что исключает возможность его применения в качестве наполнителя - антипирена в полимерных матрицах.

В патенте [патент US 4246254, опубл. 20.01.1981] представлен

способ производства гидроксида магния, имеющего гексагональную, подобную игле, кристаллическую структуру, в котором соединение магния, имеющее гексагональную, подобную игле, кристаллическую структуру, выражающееся формулой $Mg(OH)_{2-nx}A_x^n \cdot mH_2O$, в которой A представляет собой одновалентный или двухвалентный анион, выбранный из группы, состоящей из Cl^- , Br^- , NO_3^- и SO_4^{2-} , x имеет значение от 0,2 до 0,5 и m представляет собой число от 0 до 2, высушивают при условиях, не разрушающих его гексагональную подобную игле кристаллическую структуру таким образом, чтобы часть кристаллизационной воды была удалена из соединения магния; и далее проводят взаимодействие высушенного соединения магния со щелочью, выбранной из группы, включающей гидроксиды щелочных металлов, аммиак, гидроксид кальция и гидроксид аммония в инертной жидкой среде, выбранной из группы, содержащей воду, ацетон и низшие спирты. Полученный данным способом гидроксид магния волокнистой структуры имеет отношение длины кристаллов к диаметру, определенное электронным микроскопом при увеличении в 1000 раз, равное не менее 10. Гидроксид магния волокнистой структуры может найти применение как в уже известных областях его использования, так и в новых, не освоенных ранее. Однако авторами не приводится ни средний размер вторичных частиц гидроксида магния, ни удельная площадь поверхности, что исключает возможность оценки его применимости в качестве наполнителя - антипирена в полимерных матрицах.

Описан способ [патент US 5872169, опубл. 16.02.1999 г] производства гидроксида магния с огнестойким качеством, включающий взаимодействие раствора хлорида магния с аммиаком, добавленном в избытке от стехиометрического количества, с образованием осадка гидроксида магния и гидротермальную рекристаллизацию гидроксида магния. Полученный гидроксид огнестойкого качества имеет удельную площадь поверхности, определенную методом БЭТ, меньше $10 \text{ м}^2/\text{г}$,

средний диаметр частиц 0,5-10,0 мкм и меньше, определенный методом лазерного рассеяния и большое число кристаллов, имеющих яйцевидную форму в поперечном сечении. К сожалению, авторами не приводятся такие важные характеристики вторичных частиц, как диаметр 10 % частиц и диаметр 90 % частиц, а также размеры первичных частиц.

В ряде изобретений (патент EP 0780425, опубл. 25.06.1997 г, заявка W02007117841, опубл. 18.10.2007, патент CZ 9300994, опубл. 15.12.1999] описаны частицы гидроксида магния со средним диаметром вторичных частиц и удельной площадью поверхности БЭТ, позволяющими использовать указанные частицы в качестве наполнителя - антипирена в полимерных материалах. Однако, в данных изобретениях также не указаны характеристики вторичных частиц - диаметр 10 % вторичных частиц и диаметр 90 % вторичных частиц, а также характеристики первичных частиц (гексагональных пластин) гидроксида магния, а именно их размеры (длина и толщина), которые находятся в непосредственной зависимости от условий синтеза и гидротермальной обработки и, впоследствии, при использовании частиц гидроксида магния в качестве наполнителя - антипирена, оказывают влияние на свойства полимера и технологичность процесса его получения, а также не указана возможность регулирования роста первичных частиц.

Наиболее близким, принятым за прототип, является способ получения микро- и/или нанометрического гидроксида магния [патент RU2422364, опубл. 27.06.2011], в котором осуществляют взаимодействие в водной среде хлорида магния с гидроксидом и хлоридом натрия, или гидроксидом и хлоридом калия, или гидроксидом и хлоридом кальция, или гидроксидом и хлоридом аммония в один этап при температуре 10-200°C и атмосферном или аутогенном давлении, или в два этапа: на первом этапе при температуре 10-100 °C и атмосферном давлении, а на втором этапе - при температуре 101-200 °C при аутогенном давлении с возможным модифицированием и последующим выделением гидроксида

магния. Предлагаемый способ позволяет получать гидроксид магния, состоящий из микро- и/или нанометрических частиц, имеющих удельную площадь поверхности, определенную методом БЭТ, от 3 до 100 м²/г, средний диаметр вторичных частиц, определенный методом лазерной дифракции, от 0,1 до 50 мкм и первичные частицы пластинчатой формы с продольным размером 50-600 нм и толщиной 5-60 нм, определенными по изображению сканирующего электронного микроскопа (SEM). Однако, авторами не приводятся характеристики вторичных частиц - диаметр 10 % вторичных частиц и диаметр 90 % вторичных частиц. Кроме того, внесение в реакционную массу дополнительного избыточного количества хлоридов усложняет отмывку частиц гидроксида магния от хлоридов, к содержанию которых в конечном продукте предъявляется достаточно строгие требования; требует дополнительного расхода обессоленной воды при отмывке, и возможно, проведение дополнительной репульпации и фильтрования, что в конечном итоге приводит к усложнению аппаратного оформления процесса и повышению себестоимости конечного продукта.

Целью настоящего изобретения является получение наночастиц антипирена гидроксида магния, возможно, поверхностно обработанных, гексагональной пластинчатой структуры с удельной площадью поверхности, определенной методом БЭТ, не более 20 м²/г, предпочтительно от 2-х до 15 м²/г, средним диаметром вторичных частиц, определенным методом лазерной дифракции, не более 2 мкм, предпочтительно от 0,7 до 1,7 мкм с характеристиками частиц, позволяющими наиболее эффективно использовать их в качестве наполнителя - антипирена, а именно, диаметром 10 % вторичных частиц не более 0,8 мкм, диаметром 90 % вторичных частиц не более 5 мкм, с продольным размером первичной частицы от 150 до 900 нм, предпочтительно от 200 до 600 и толщиной от 15 до 150 нм, предпочтительно от 40 до 100 нм.

Поставленная цель достигается тем, что получение наночастиц антипирена гидроксида магния проводят в две стадии, на первой стадии осуществляют взаимодействие водного раствора хлорида магния с щелочным компонентом при температуре не выше 100 °С и атмосферном давлении при мольном отношении ионов $\text{OH}^- : \text{Mg}^{++}$ в пределах 1,9÷2,1 : 1, а на второй стадии осуществляют гидротермальную перекристаллизацию частиц гидроксида магния при температуре 120-220 °С, давлении от 0,18 до 2,3 МПа и продолжительности от 2 до 24 ч, причем при проведении гидротермальной перекристаллизации для предотвращения дальнейшего роста первичных частиц и укрупнения вторичных частиц посредством агрегирования реакцию массу подвергают периодическим гидроударам перегретым паром с температурой 160-240 °С и давлением от 0,6 до 3,3 МПа.

Получение наночастиц антипирена гидроксида магния с заданными характеристиками достигается путем специфической гидротермальной обработки, в ходе которой для предотвращения роста первичной частицы, происходящего при гидротермальной перекристаллизации, проводят дозированные гидроудары перегретым паром с давлением 0,6-3,3 МПа и температурой 160-240°С при непрерывном перемешивании. Гидроудары изолируют кристаллизующуюся частицу от маточного раствора, тем самым останавливают процесс роста частицы, то есть увеличение её размеров. В момент подачи перегретого пара в присопловой зоне в жидкой среде генерируются ударные волны, воздействие которых приводит к разрушению образовавшихся агломератов первичных частиц. Кроме того, при контакте перегретого пара с жидкой средой струя подаваемого пара распадается на множество паровых пузырьков, которые при схлопывании генерируют кавитационные ударные микроволны, препятствующие агломерации первичных частиц.

При помощи изменения частоты гидроударов и их распределения в

объеме реакционной массы и скорости перемешивания возможно регулирование соотношения между первичными частицами разных размеров. Так, при интенсивном перемешивании, частых гидроударах и равномерном распределении их в объеме реакционной массы образуются более мелкие, однородные по размеру гексагональные пластины и вторичные частицы гидроксида магния. Однако, при точечных периодических гидроударах и спокойном перемешивании, образуются более крупные по размеру гексагональные пластины и вторичные частицы гидроксида магния.

Гидротермальная перекристаллизация приводит к образованию частиц гидроксида магния с хорошо определяемой шестиугольной морфологии.

Процесс гидротермальной перекристаллизации проводят при температуре 120- 220 °С, предпочтительно при температуре 140-200 °С, в периодическом или непрерывном режиме в среде реакционного маточного раствора или в среде деионизированной воды.

В качестве реакционного маточного раствора используют маточный раствор, образующийся при взаимодействии раствора хлорида магния и щелочного компонента.

Продолжительность гидротермальной перекристаллизации составляет от 2 до 24 ч, наиболее предпочтительно 4-16 ч.

В качестве хлорида магния используют хлорид магния природного происхождения (морская или океаническая вода, озерная рапа, подземные рассолы и т.п.) или синтетического происхождения (полученные растворением магнезита, доломита или брусита в соляной кислоте).

Предпочтительным является использование раствора хлорида магния, предварительно очищенного от нежелательных примесей, таких, как примеси железа и/или брома, и/или бора, и/или сульфатов, и/или марганца и т.д.

В качестве щелочного компонента используют водный раствор

гидроксида натрия или гидроксида калия, или гидроксида аммония или суспензию гидроксида кальция.

Возможно проведение гидротермальной перекристаллизации в широком диапазоне концентраций реагентов в реакционном маточном
5 растворе, предпочтительным является содержание гидроксида магния 2-10%. При этом мольное отношение ионов OH^- : Mg^{++} находится в пределах $1,9 \div 2,1 : 1$.

Гидроудары проводят при температуре реакционной массы 120 - 220°C при проведении гидротермальной перекристаллизации и
10 осуществляют их подачей перегретого пара (острого пара) через отверстия любого, например, круглого, сечения. Предпочтительным является использование острого пара с температурой 160-240 °C и давлением 0,6-3,3 МПа.

Получаемые наночастицы антипирена гидроксида магния имеют
15 гексагональную пластинчатую структуру с удельной поверхностью, определенной методом БЭТ, не более 20 м²/г, средним диаметром вторичных частиц, определенным методом лазерной дифракции, не более 2 мкм, диаметром 10 % вторичных частиц не более 0,8 мкм, диаметром 90 % вторичных частиц не более 5 мкм, продольным размером первичных
20 частиц от 150 до 900 нм и толщиной от 15 нм до 150 нм. Указанные частицы имеют маслосъемность не более 50 г льняного масла на 100 г гидроксида магния, объем пор, не более $10,5 \times 10^{-3}$ см³/г и массовую долю железа в пересчете на триоксид железа не более 0,01 %.

Наночастицы гидроксида магния, полученные указанным
25 способом, могут быть модифицированы одним или несколькими связующими силановыми агентами и/или поверхностно-обрабатывающими агентами.

В качестве силановых связующих агентов используют соединения, выбранные из группы органофункциональных триалкоксисиланов,
30 включающей алкилтриэтоксисиланы, алкилтриметоксисиланы,

алкенилтриэтоксисиланы, алкенилтриметоксисиланы, аминосиланы и др. и/или их смеси. Примерами подобных соединений являются метилтриэтоксисилан, октилтриэтоксисилан, винилтриметоксисилан, винилтриэтоксисилан, винил-трис-(2-метоксиэтокси)силан, 3-
5 метакрилоксипропилтриметоксисилан, 2-(3,4-эпоксициклогекси)-этилтриметоксисилан, глицидоксипропилтриметоксисилан, 3-меркаптопропил-триметоксисилан, 3-аминопропилтриэтоксисилан и т.д.

В качестве поверхностно-обрабатывающих агентов используют соединения, выбранные из группы предельных и непредельных жирных
10 кислот, содержащих от 8 до 20 атомов углерода или их соли щелочных металлов и/или их смеси. Примерами подобных соединений являются стеариновая кислота, олеиновая кислота, лауриловая кислота, пальмитиновая кислота, бегеновая кислота, миристиновая кислота, жирные кислоты талового масла и др.

15 Поверхностную обработку проводят известными способами, например, суспензионным способом, или сухим способом, или в процессе сушки, например, в роторно-вихревой мельнице.

Предпочтительным является использование агентов для проведения обработки поверхности в количестве 0,1-5,0 % в расчете на
20 гидроксид магния.

Наночастицы антипирена гидроксида магния, полученные по предлагаемому способу, имеют регулируемые размеры первичных и вторичных частиц и удельную площадь поверхности, что позволяет их
25 применять в органических полимерных матрицах в качестве дымоподавляющего нетоксичного замедлителя горения без снижения механических свойств и технологичности переработки.

Наночастицы антипирена гидроксида магния, полученные по предлагаемому способу, благодаря своим уникальным свойствам могут
30 быть использованы в полимерных матрицах, включающих полиэтилен, полипропилен, сополимер этилена-пропилена, сополимер этиленакрилата,

полистирол, полимер на основе сополимера этиленвинилацетата, полиамид, полиимид, поликарбонат, полиэтилентерефталат, полибутилентерефталат, АБС-пластик и т.д.

Предлагаемый способ производства наночастиц антипирена гидроксида магния иллюстрируется следующими примерами, демонстрирующими сущность представляемого изобретения, которые являются иллюстрацией и не ограничивают область заявленного изобретения.

Для анализа частиц гидроксида магния были использованы следующие методы анализа:

- Гранулометрический состав определяли методом лазерной дифракции на приборе Malvern MasterSizer - 2000 E с модулем Scirocco 2000 производства компании Malvern Instruments Limited, (Великобритания);
- Удельную площадь поверхности по методу БЭТ и объем пор определяли на высокоскоростном анализаторе площади поверхности и размера пор «Nova 2200 e» производства компании «Quantachrome Instruments» (США);
- Форму и размер частиц определяли с помощью сканирующего электронного микроскопа;
- Маслосмкость определяли по ГОСТ 21119.8-75, пункт 3;
- Массовую долю железа определяли сульфосалициловым методом.

Пример сравнения.

В реактор-автоклав, снабженный рубашкой и турбинной мешалкой, при перемешивании загружают 760,40 кг раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 % и 282,09 кг раствора бишофита с массовой долей хлорида магния 32 % и массовой долей железа 0,0008 %. Мольное отношение ионов OH^- : Mg^{++} составляет 2,006 : 1. Содержимое реактора нагревают до температуры 180-190°C и выдерживают при перемешивании 12 ч. После охлаждения суспензию с массовой долей гидроксида магния

5,3 % охлаждают, фильтруют и промывают от хлоридов на пресс - фильтре. Отжатый осадок гидроксида магния сушат в вакуум-сушильном шкафу при температуре 60-65°C и давлении 100-650 мм.рт.ст., затем измельчают на мельнице молоткового типа. Характеристики полученного

5 гидроксида магния представлены в таблице, форма и размер первичных частиц - на рисунках фиг. 1,2.

Пример 1

В реактор, снабженный рубашкой, лопастной мешалкой и термопарой, загружают при перемешивании в течение 30 мин

10 одновременно 1,036 м³ раствора гидроксида калия со массовой долей 18,3% и 0,421 м³ раствора бишофита с массовой долей хлорида магния 33,5% и массовой долей железа 0,0006 %. Мольное отношение ионов OH⁻ : Mg⁺⁺ составляет 2,006 : 1. Реакционную массу при перемешивании нагревают до 45-55 °C и выдерживают 1 ч. Затем реакционную массу

15 перегружают в автоклав, снабженный двухъярусной лопастной мешалкой, рубашкой и двумя барботерами с отверстиями круглого сечения, для подачи перегретого пара, опущенными на 2/3 высоты ниже уровня реакционной массы и расположенными противоположно. Реакционную массу при перемешивании нагревают и выдерживают при температуре

20 180-185 °C при периодической импульсной подаче острого пара с расходом 1,5-2,5 м³/ч, температурой 190 °C и давлением 1,3 МПа в течение 2 ч. Полученную суспензию фильтруют и промывают на пресс-фильтре обессоленной водой, сушат в роторно-вихревой мельнице. Характеристики полученного гидроксида магния представлены в таблице, форма и размер

25 первичных частиц - и на рисунках фиг. 3,4.

Пример 2

В реактор, снабженный рубашкой, лопастной мешалкой и термопарой, загружают при перемешивании в течение 30 мин

30 одновременно 0,881 м³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 15,4 % и 0,421 м³ очищенного раствора бишофита с массовой долей хлорида

магния 33,5 % и массовой долей железа 0,00035 %. Мольное отношение ионов OH^- : Mg^{++} составляет 2,014 : 1. Реакционную массу при перемешивании нагревают до 45 - 55 °С и выдерживают 1 ч. Затем реакционную массу перегружают в автоклав, снабженный двухъярусной
5 лопастной мешалкой, рубашкой и двумя барботерами с отверстиями круглого сечения, для подачи перегретого пара, опущенными на 2/3 высоты ниже уровня реакционной массы и расположенными противоположно. Реакционную массу при перемешивании нагревают и выдерживают при температуре 180-185 °С при периодической импульсной
10 подаче острого пара с расходом 1,5-2,5 м³/ч, температурой 220 °С и давлением 2,3 МПа в течение 6 ч.

Выделение гидроксида магния проводят аналогично примеру 1. Характеристики полученного гидроксида магния представлены в таблице, форма и размер первичных частиц - и на рисунках фиг. 5,6.

15 Пример 3

В реактор снабженный рубашкой, лопастной мешалкой и термопарой, при перемешивании одновременно дозируют 103,5 кг/ч раствора гидроксида натрия с массовой долей 17 % и 64,97 кг/ч очищенного раствора бишофита с массовой долей хлорида магния 32 % и
20 массовой долей железа 0,0003 %. Мольное отношение ионов OH^- : Mg^{++} составляет 2,014 : 1. Температуру реакционной массы в реакторе поддерживают 40- 50 °С, время пребывания составляет 1 ч. Из реактора синтеза реакционную массу направляют в автоклав, снабженный двухъярусной лопастной мешалкой, рубашкой и барботером с отверстиями
25 круглого сечения для подачи перегретого пара, опущенным на 2/3 высоты ниже уровня реакционной массы. Температуру реакционной массы в автоклаве поддерживают 175-185 °С, время пребывания составляет 12 ч. Подачу острого пара с расходом 25-40 кг/ч, температурой 190 °С и давлением 1,3 МПа осуществляют импульсно. Из автоклава суспензию
30 частиц гидроксида магния под давлением выгружают в сборник под слой

суспензии. Полученную суспензию фильтруют и промывают на пресс-фильтре обессоленной водой, сушат в роторно-вихревой мельнице. Характеристики полученного гидроксида магния представлены в таблице, форма и размер первичных частиц - на рисунках фиг. 7, 8.

Таблица - Характеристика гидроксида магния

Наименование	Пример	Пример 1	Пример 2	Пример 3
Удельная поверхность,	14,9	11,3	5,2	7,1
Гранулометрический состав:				
диаметр 10 % частиц	0,545	0,187	0,236	0,201
диаметр 50 % частиц	1,523	0,715	1,024	0,895
диаметр 90 % частиц	4,105	2,472	3,381	2,696
Массовая доля железа в на триоксид железа	0,04	0,02	0,01	0,01
Масса масла, 100 г гидроксида магния,	50	48	32	39
Объем пор, см /г	$7,566 \cdot 10^{-3}$	$6,024 \cdot 10^{-3}$	$2,522 \cdot 10^{-3}$	$3,762 \cdot 10^{-3}$
Белизна, %	98	99	100	100

5

Пример поверхностной обработки 1.

В реактор с мешалкой и рубашкой загружают при перемешивании 423,92 кг обессоленной воды, 125,15 кг осадка гидроксида магния с фильтра, полученного по примеру 2, с массовой долей гидроксида магния 43,97 % и массовой долей хлорида натрия 0,10 % и 1,10 кг стеариновой кислоты с массовой долей 99,5 %. Суспензию нагревают до температуры 80-90 °С, выдерживают 1-2 ч, затем фильтруют на пресс-фильтре и сушат в роторно-вихревой мельнице. Получают поверхностно обработанные частицы гидроксида магния, массовая доля стеариновой кислоты составляет 2 %.

15

Пример поверхностной обработки 2.

В смеситель типа Хеншеля загружают 200 г гидроксида магния с массовой долей воды 1,5 % , полученного по примеру 2, подают 2 г винилтриметоксисилана Silquest A- 171, перемешивают 40-60 минут.

Получают поверхностно обработанные частицы гидроксида магния, массовая доля винилтриметоксисилана составляет 1 %.

Приведенные примеры показывают, что предлагаемый способ производства позволяет получать наночастицы антипирена гидроксида магния с регулируемыми размерами первичных и вторичных частиц и удельную площадь поверхности.

Пример применения наночастиц антипирена гидроксида магния.

100 вес. ч. ударопрочного полипропилена, 0,2 мас.ч антиоксиданта Irganox 1010 и 185мас.ч. наночастиц антипирена гидроксида магния, полученных по примеру 3, перемешивают до однородного состояния и экструдируют в двухшнековом экструдере при температуре 230 °С с получением гранул.

Формула изобретения

1. Наночастицы антипирена гидроксида магния, имеющие
5 гексагональную пластинчатую структуру, удельную площадь
поверхности, определенную методом БЭТ, не более $20 \text{ м}^2/\text{г}$, средний
диаметр вторичных частиц, определенный методом лазерной дифракции,
не более 2 мкм, возможно, поверхностно обработанные, отличающиеся
тем, что диаметр 10 % вторичных частиц не превышает 0,8 мкм, диаметр
10 90% вторичных частиц не превышает 5 мкм, причем первичные частицы
указанного гидроксида магния имеют форму гексагональных пластин с
продольным размером от 150 до 900 нм и толщиной от 15 до 150 нм.

2. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
отличающиеся тем, что имеют средний размер вторичных частиц,
15 определенный методом лазерной дифракции, от 0,7 до 1,7 мкм.

3. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
отличающиеся тем, что имеют удельную площадь поверхности,
определенную методом БЭТ, от 2 до $15 \text{ м}^2/\text{г}$.

4. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
20 отличающиеся тем, что имеют продольный размер первичных частиц от
200 до 600 нм и толщину от 40 до 100 нм.

5. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
отличающиеся тем, что имеют маслосъемность не более, чем 50 г льняного
масла на 100 г гидроксида магния.

25 6. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
отличающиеся тем, что имеют объем пор не более $10,5 \times 10^{-3} \text{ см}^3/\text{г}$.

7. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,
отличающиеся тем, что имеют содержание железа в пересчете на
триоксид железа не более 0,01 %.

30 8. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1,

отличающиеся тем, что частицы поверхностно обработаны одним или несколькими силановыми связующими агентами и/или одним или несколькими поверхностно-обрабатывающими агентами в количестве 0,1-5,0 % в расчете на гидроксид магния.

5 9. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1, 8, отличающиеся тем, что силановый связующий агент выбран из группы органофункциональных триалкоксисиланов, включающей алкилтриэтоксисиланы, алкилтриметоксисиланы, алкенилтриэтоксисиланы, алкенилтриметоксисиланы и др.

10 10. Наночастицы антипирена гидроксида магния по п.1, 8, отличающиеся тем, что поверхностно-обрабатывающий агент выбран из группы предельных и непредельных жирных кислот, содержащих от 8 до 20 атомов углерода, включающей стеариновую кислоту, олеиновую кислоту, лауриловую кислоту, пальмитиновую кислоту, бегеновую кислоту, миристиновую кислоту, жирные кислоты талового
15 масла и т.д. и/или их соли щелочных металлов и/или их смеси.

 11. Способ производства наночастиц антипирена гидроксида магния, возможно поверхностно обработанных, взаимодействием водного раствора хлорида магния с щелочным компонентом, состоящий
20 из двух стадий, отличающийся тем, что на первой стадии осуществляют взаимодействие водного раствора хлорида магния с щелочным компонентом при температуре не выше 100 °С и атмосферном давлении при мольном отношении ионов $\text{OH}^- : \text{Mg}^{++}$ в пределах 1,9÷2,1 : 1, а на второй стадии осуществляют гидротермальную перекристаллизацию
25 частиц гидроксида магния при температуре 120- 220 °С, давлении от 0,18 до 2,3 МПа и продолжительности от 2 до 24 ч, причем при проведении гидротермальной перекристаллизации для предотвращения дальнейшего роста первичных частиц и укрупнения вторичных частиц посредством агрегирования реакционную массу подвергают
30 периодическим гидроударам перегретым паром с температурой 160-240

°С и давлением от 0,6 до 3,3 МПа.

12. Способ по п.11, отличающийся тем, что в качестве хлорида магния используют хлорид магния природного или синтетического происхождения.

5 13. Способ по п.11-12, отличающийся тем, что водный раствор хлорида магния предварительно очищают от нежелательных примесей железа, и/или брома, и/или бора, и/или сульфатов, и/или марганца и др.

14. Способ по п.11, отличающийся тем, что в качестве щелочного компонента используют водный раствор гидроксида натрия
10 или гидроксида калия, или гидроксида аммония или суспензию гидроксида кальция.

15. Способ по п.11, отличающийся тем, что получение наночастиц гидроксида магния проводят в периодическом или непрерывном режиме.

15 16. Способ по п. 11, отличающийся тем, что гидротермальную перекристаллизацию проводят в среде реакционного маточного раствора или в деионизованной воде.

17. Способ по п. 11, отличающийся тем, что гидроудары перегретым паром осуществляют через отверстия любого сечения.

20 18. Способ по п. 11, отличающийся тем, что полученные частицы гидроксида магния подвергают поверхностной обработке одним или несколькими силановыми связующими агентами и/или одним или несколькими поверхностно-обрабатывающими агентами в количестве 0,1-5,0 % в расчете на гидроксид магния.

25 19. Способ по п. 11, 18, отличающийся тем, что силановый связующий агент выбран из группы органофункциональных триалкоксисиланов, включающей алкилтриэтоксисиланы, алкилтриметоксисиланы, алкенилтриэтоксисиланы, алкенилтриметоксисиланы, и др. и/или их смеси.

30 20. Способ по п. 11, 18, отличающийся тем, что поверхностно-

- обрабатывающий агент выбран из группы предельных и непредельных жирных кислот, содержащих от 8 до 20 атомов углерода, включающей стеариновую кислоту, олеиновую кислоту, лауриловую кислоту, пальмитиновую кислоту, бегеновую кислоту, миристиновую кислоту,
- 5 жирные кислоты талового масла и т.д. и/или их соли щелочных металлов и/или их смеси.