

- [5] 王迪珍,林红旗,罗东山,等.木质素在丁腈橡胶阻燃中的应用[J].高分子材料科学与工程,1999,15(2):126-128.
- [6] 欧育湘,陈宇,王筱梅.阻燃高分子材料[M].北京:国防工业出版社,2001.
- [7] 周少林.新型磷氮系阻燃剂的合成及其阻燃性能的研究[D].武汉:华中师范大学,2003.

- [8] Cheng X S,Chen Y P,Yang X X,et al. Separation and Properties of Enzymatic Hydrolysis Lignin[A]. 7th International Symposium on Green Chemistry. Zhuhai:2005.
- [9] 李文涛,唐颂超.高分子阻燃剂的研究现状与发展趋势[J].上海塑料,2003,3(1):2-7.

收稿日期:2011-04-12

## Synthesis of New Flame Retardant from Enzymatic Hydrolyzed Lignin and Its Flame Retardant Property

LIU Xiao-jing, CHENG Xian-su

(Fuzhou University, Fuzhou 350108, China)

**Abstract:** Copolymers of enzymatic hydrolyzed lignin, formaldehyde and meta-phenylene diamine were prepared using orthogonal design. The SBR composites containing the copolymer as flame retardant and microencapsulated red phosphorus as acid source were prepared. The effect of addition level of copolymer on the flame retardant property and physical property was investigated. The results showed that, the optimized formulation and preparation condition of copolymer were as follows: enzymatic hydrolyzed lignin 30 g, formaldehyde 0.2 mol, metaphenylene diamine copolymer 0.1 mol, temperature 80 °C, time 3 min, mass fraction of sodium hydroxide 0.03. When the addition levels of the copolymer and microencapsulated red phosphorus were 60 and 10 phr respectively, the flame retardant rating of SBR composite reached FV-0, and the comprehensive physical property of that was good.

**Key words:** enzymatic hydrolyzed lignin-metaphenylene diamine copolymer; SBR; flame retardant; orthogonal design method

### 不溶性硫黄实现全密封连续生产

中图分类号:TQ330.38<sup>+5</sup> 文献标志码:D

由江西恒兴源化工有限公司(简称恒兴源公司)承担的江西省重点新产品计划项目——高热稳定性不溶性硫黄已通过江西省科技厅组织的专家鉴定。通过该项目的研发,恒兴源公司开发出具有自主知识产权的全密封管道式连续生产不溶性硫黄工艺,并建成3 000 t 级生产装置,万吨级生产线正在单机调试中,可望 2011 年年内正式投产。

据介绍,新工艺中二硫化碳回收率从原来的 55% 提高到 95% 以上,硫黄的资源利用率提高到 99%,从而大幅度降低了生产成本。采用新工艺生产的不溶性硫黄产品 120 °C × 15 min 热稳定性达到 60.2%,性能与美国富莱克斯公司的 Crystex 牌高热稳定性不溶性硫黄产品相当,但价格仅为美国产品的 2/3,可替代进口产品。

我国生产不溶性硫黄一直采用高温汽化法。物料必须在多个反应釜中停留一段时间完成相应

反应,是一种间歇式生产方式。工艺生产过程中存在易燃、易爆、易腐蚀和污染等问题,此外产品稳定性也较差,不能满足橡胶工业的需要。现在国内广泛应用的多反应釜制取不溶性硫黄工艺技术也存在连接管道易被硫黄堵塞、难以长时间连续运行、中间产品易从反应釜与管道连接处跑出等问题,物料损失大,生产成本高。

新工艺则是在整个全密封管道流程中完成一系列反应,将流程工序依次设置在全密封管道的各个工作区段,每一工作区段管道相当于一个反应釜,并对各工作区段管道提供相应的工艺条件。物料从进入全密封管道系统开始,就在系统内按照工艺顺序依次从各工作区段管道中流过,完成一系列的物理化学反应,最终获得高品质、高热稳定性的不溶性硫黄产品。而中间回收的物料和二硫化碳萃取剂则重新进入全密封管道系统进入下一循环,从而实现不溶性硫黄的全密封管道式连续生产。

(摘自《中国化工报》,2011-08-31)