



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102352539 B

(45) 授权公告日 2013.05.29

(21) 申请号 201110211963.2

*D01D 5/12* (2006.01)

(22) 申请日 2011.07.27

*D06L 1/16* (2006.01)

(73) 专利权人 杭州奥通科技有限公司

*D06L 3/06* (2006.01)

地址 310012 浙江省杭州市西湖区古墩路  
98号西城新座6层A-3

*D06L 3/02* (2006.01)

审查员 宋琳

(72) 发明人 郑睿敏 冉国庆 胡金龙

(74) 专利代理机构 杭州天欣专利事务所 33209

代理人 陈红

(51) Int. Cl.

*D01F 2/10* (2006.01)

*D01F 11/02* (2006.01)

*D01D 1/02* (2006.01)

*D01D 1/10* (2006.01)

*D01D 5/06* (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种硅-氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法

(57) 摘要

本发明公开了一种硅-氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法,其工艺流程为:包括以下工艺步骤:阻燃剂加入溶解机与粘胶混合然后经过熟成,纺前处理,湿法纺丝,牵伸,切断,绒毛成形,后处理;所述阻燃剂按5%~30%NaOH溶液;粘胶助剂:硅-氮阻燃剂:六偏磷酸钠=(1~10):(0.05~0.35):(3~18):(0.1~1)的重量比例进行调配;所述纺前处理步骤为纺前注射相对粘胶溶液甲种纤维素重量1.5%~3%的可纺性改善剂;固化浴组成:软水:固化阻燃剂=(10%~80%):(90%~20%)。所述粘胶助剂采用V-32,硅-氮阻燃剂采用WS-801,可纺性改善剂采用WS-803,固化阻燃剂采用WS-802。该方法可以使阻燃剂与粘胶充分混合均匀,改善湿法纺丝的可纺性,避免阻燃剂的流失,所得纤维阻燃效果好,强力高,可以作为纺织面料用原料。

1. 一种硅-氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法,其特征是包括以下工艺步骤:阻燃剂加入溶解机与粘胶混合然后经过熟成,纺前处理,湿法纺丝,牵伸,切断,绒毛成形,后处理;

所述阻燃剂按 5%~30% NaOH 溶液:粘胶助剂 V-32:硅-氮阻燃剂:六偏磷酸钠=(1~10):(0.05~0.35):(3~18):(0.1~1) 的重量比例进行调配,对调配好的阻燃剂溶液测试比重以确定其成分;

所述阻燃剂溶液加入溶解机与粘胶混合步骤包括:溶解机的粘胶溶解好之后,根据粘胶组成及胶量,按重量比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液,所述重量比例为溶解粘胶:调配好的阻燃剂溶液=100%:(20%~36%),加入阻燃剂溶液后,溶解机的搅拌速度 $\geq$ 160 转/分钟,进行快速搅拌,循环研磨 30 分钟至 90 分钟,使阻燃剂与粘胶充分混合均匀;

所述熟成步骤包括:混合后的粘胶温度控制在 16~28℃ 的范围内,并在 3 至 16 小时完成一道过滤、脱泡、二道过滤;

所述纺前处理步骤为纺前注射相对粘胶溶液甲种纤维素重量 1.5%~3% 的可纺性改善剂;

所述湿法纺丝步骤中的混合胶的甲种纤维素重量比 7.0%~9.8%;NaOH 重量比 7.0%~8.5%;落球粘度 35 秒~85 秒;熟成度 6~20ml;胶温 14~28℃;纺丝浴组成:硫酸 75~125g/l;硫酸锌 15~50 g/l;硫酸钠 160~350 g/l;温度 40~52℃;喷头规格:(1400~2200) 孔 $\times$ (0.045mm~0.065mm) 孔径;

所述牵伸步骤中喷头牵伸 -50%~60%;塑化牵伸 15%~100%;

所述后处理步骤包括脱硫,一道水洗,漂白,二道水洗,固化,三道水洗,上油;脱硫步骤采用氢氧化钠或是亚硫酸钠脱硫,浓度为 0.5~8 g/l,温度 80 $\pm$ 5℃;漂白步骤采用次氯酸钠或是双氧水漂白,浓度为 0.2~3 g/l,温度 30~50℃,pH 值 9.5~11.5;固化步骤时的固化浴组成:软水:固化阻燃剂=(10%~80%):(90%~20%);温度 30~90℃;固化时间:10 $\pm$ 5 分钟。

2. 根据权利要求 1 所述的硅-氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法,其特征在于:所述硅-氮阻燃剂采用 WS-801,WS-801 的比重为 1.325~1.44,可纺性改善剂采用 WS-803,固化阻燃剂采用 WS-802。

## 一种硅 - 氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种硅 - 氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法。

### 背景技术

[0002] 由于粘胶纤维织物具有良好的吸湿性、透气性、染色性,手感柔软舒适,而且是可以自然降解的环保性纤维素纤维,因而各企业纷纷把粘胶作为载体,加入各种不同的阻燃剂,将粘胶纤维改性成阻燃粘胶纤维。

[0003] 目前市场上常规的阻燃粘胶纤维有硅系阻燃粘胶纤维、磷系阻燃粘胶纤维两种。

[0004] 硅系阻燃粘胶纤维虽然环保,但是其可纺性差,纤维强力低,不能满足纺纱及服饰要求,只能作为无纺布和填充物使用。

[0005] 磷系阻燃粘胶纤维可以作为纺织用原料,但是在燃烧时会放出高毒性气体,并且磷燃烧时放出较大烟雾,增加了使人窒息的严重性,废弃物对水质土壤的污染也比较严重,因此属于不环保纤维,因此业界急需一种阻燃效果好又环保的阻燃粘胶纤维原料。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种硅 - 氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法,利用普通粘胶纤维生产线,采用特殊工艺配方和纺丝成形方法,生产出阻燃效果持久、耐洗性强,并具有粘胶纤维自身的优良性能的可纺织用硅 - 氮系环保阻燃粘胶纤维。

[0007] 本发明所述硅 - 氮系环保阻燃粘胶短纤维制造方法,其特征是包括以下工艺步骤:阻燃剂加入溶解机与粘胶混合然后经过熟成,纺前处理,湿法纺丝,牵伸,切断,绒毛成形,精练,后处理;

[0008] 所述阻燃剂按 5% ~ 30% NaOH 溶液:粘胶助剂:硅 - 氮阻燃剂:六偏磷酸钠 = (1 ~ 10):(0.05 ~ 0.35):(3 ~ 18):(0.1 ~ 1) 的重量比例进行调配,对调配好的阻燃剂溶液测试比重以确定其成分;

[0009] 所述阻燃剂溶液加入溶解机与粘胶混合步骤包括:溶解机的粘胶溶解好之后,根据粘胶组成及胶量,按重量比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液,所述重量比例为溶解粘胶:调配好的阻燃剂溶液 = 100%:(20% ~ 36%),加入阻燃剂溶液后,溶解机的搅拌速度  $\geq 160$  转/分钟,进行快速搅拌,循环研磨 30 分钟至 90 分钟,使阻燃剂与粘胶充分混合均匀,使得配置的阻燃剂溶液能够与粘胶溶液充分混合并达到良好的可纺性和阻燃效果;

[0010] 所述熟成步骤包括:混合后的粘胶温度控制在 16 ~ 28°C 的范围内,并在 3 至 16 小时完成一道过滤、脱泡、二道过滤;

[0011] 所述纺前处理步骤为纺前注射相对粘胶溶液甲种纤维素重量 1.5% ~ 3% 的可纺性改善剂,以提高可纺性;

[0012] 所述湿法纺丝步骤中的混合胶的甲种纤维素重量比 7.0% ~ 9.8%;NaOH 重量比 7.0% ~ 8.5%;落球粘度 35 秒 ~ 85 秒;熟成度 6 ~ 20ml;胶温 14 ~ 28°C;纺丝浴组成:硫酸 75 ~ 125g/l;硫酸锌 15 ~ 50 g/l;硫酸钠 160 ~ 350 g/l;温度 40 ~ 52°C;喷头规格:

(1400 ~ 2200) 孔 × (0.045mm ~ 0.065mm) 孔径；

[0013] 所述牵伸步骤中喷头牵伸 -50% ~ 60%；塑化牵伸 15% ~ 100%；

[0014] 所述后处理步骤包括脱硫，一道水洗，漂白，二道水洗，固化，三道水洗，上油；脱硫步骤采用氢氧化钠或是亚硫酸钠脱硫，浓度为 0.5 ~ 8 g/l，温度 80 ± 5℃；漂白步骤采用次氯酸钠或是双氧水漂白，浓度为 0.2 ~ 3 g/l，温度 30 ~ 50℃，PH 值 9.5 ~ 11.5；固化步骤时的固化浴组成：软水：固化阻燃剂 = (10% ~ 80%)：(90% ~ 20%)；温度 30 ~ 90℃；固化时间：10 ± 5 分钟。通过该后处理过程，使得纤维阻燃效果进一步增强，同时具有良好的纺织性能。

[0015] 本发明所述粘胶助剂采用 V-32，硅 - 氮阻燃剂采用 WS-801，WS-801 的比重为 1.325 ~ 1.44，可纺性改善剂采用 WS-803，固化阻燃剂采用 WS-802。

[0016] 本发明所制得纤维的干断裂强度 ≥ 2.00 CN/dtex；湿断裂强度 ≥ 1.00 CN/dtex；极限氧指数 ≥ 28%，能够很好地用于纺织纱线和面料。

### 具体实施方式

[0017] 先调配阻燃剂溶液，其方法为：按一定比例分别向阻燃剂调配桶加入 5% ~ 30% 的 NaOH 溶液、诺伯尔阿克苏公司产粘胶助剂 V-32、六偏磷酸钠、硅 - 氮阻燃剂 WS-801，并不断搅拌，即：NaOH 溶液：粘胶助剂 V-32：六偏磷酸钠：硅 - 氮阻燃剂 WS-801 = (1 ~ 10)：(0.05 ~ 0.35)：(0.1 ~ 1)：(3 ~ 18)，硅 - 氮阻燃剂 WS-801 比重：1.325 ~ 1.44，对调配好的阻燃剂溶液测试比重。当溶解机的粘胶溶解好之后，根据粘胶组成及胶量，按一定比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液，具体比例为：溶解粘胶：调配好的阻燃剂溶液 = 100%：(20% ~ 36%)，加入阻燃剂溶液后，溶解机的搅拌速度 ≥ 160 转 / 分钟，进行快速搅拌，并循环研磨 30 分钟至 90 分钟，使阻燃剂与粘胶充分混合均匀。混合后的粘胶温度控制在 16 ~ 28℃ 的范围内，在 3 至 16 小时完成一道过滤、脱泡、二道过滤，之后将混合胶送纺丝，并在纺前注射 2.5% 左右的可纺性改善剂 WS-803 助剂，喷头规格为：(1400 ~ 2200) 孔 × (0.045mm ~ 0.065mm) 孔径。纺丝胶组成应控制在一定范围：甲纤 7.0% ~ 9.8%；含 NaOH 7.0% ~ 8.5%；落球粘度 35 秒 ~ 85 秒；熟成度 6 ~ 20ml；胶温 14 ~ 28℃；纺丝浴组成控制在：硫酸 70 ~ 125g/l；硫酸锌 15 ~ 50 g/l；硫酸钠 160 ~ 350 g/l；温度 40 ~ 52℃；牵伸率为：喷头牵伸 -50% ~ 60%；塑化牵伸 15% ~ 100%；纤维经过切断，溜入绒毛成形槽进入精练，采用氢氧化钠或是亚硫酸钠溶液脱硫，浓度为 0.5 ~ 8 g/l，温度 80 ± 5℃，经过一道水洗（温度 75 ~ 85℃）并压榨后，采用次氯酸钠或是双氧水溶液漂白，浓度为 0.2 ~ 3 g/l，温度 30 ~ 50℃，PH 值 9.5 ~ 11.5，之后进行二道水洗并压榨，纤维进入固化区，采用固化阻燃剂 WS-802 固化。固化浴组成：软水：固化阻燃剂 WS-802 = (10% ~ 80%)：(90% ~ 20%)；温度 30 ~ 90℃；固化时间 10 ± 5 分钟，再经过三道水洗、压榨、德国卜赛特公司生产的阻燃粘胶纤维专用 NA100 型油剂上油、压榨、开松、烘干、等后处理工序得到成品纤维。

[0018] 本发明所制得纤维的干断裂强度 ≥ 2.0 CN/dtex；湿断裂强度 ≥ 1.0 CN/dtex；极限氧指数 ≥ 28%，能够很好地用于纺织纱线和面料。

[0019] 新型硅 - 氮系阻燃粘胶短纤维，选用的硅 - 氮阻燃剂是国内新乡市长弘化工公司生产的硅 - 氮系 WS-801 环保型阻燃剂和 WS-802 环保型固化阻燃剂，其阻燃效果持久、耐洗性强，并具有粘胶纤维自身的优良性能，强力高，可纺织性能也好。其阻燃机理是：在遇

到火焰时,部分有机纤维成分会燃烧,但是无机的硅不会燃烧并且会阻止火焰燃烧,其中的硅-氮化合物具有水合性能,可以起到屏蔽和熄灭火焰的作用。

[0020] 新型硅-氮系阻燃粘胶短纤维,其中的硅为不燃物质,氮燃烧时烟量释放极少,经测试与普通粘胶纤维的烟密度几乎相当,废弃物可通过自然降解成为无毒的有机和无机的混合物,氮经光热和生物降解产生的氨和胺是植物的有效营养成分,因此其具有环保性。

[0021] 实施例 1:

[0022] 先调配阻燃剂溶液,其方法为:按一定比例分别向阻燃剂调配桶加入 10% NaOH 溶液、粘胶助剂 V-32、六偏磷酸钠、硅-氮阻燃剂 WS-801,并不断搅拌,即:10% NaOH 溶液:粘胶助剂 V-32:六偏磷酸钠:硅-氮阻燃剂 WS-801 = 8 :0.1 :0.2 :13,硅-氮阻燃剂 WS-801 比重:1.325 ~ 1.44,对调配好的阻燃剂溶液测试比重。当溶解机的粘胶溶解好之后,根据粘胶组成及胶量,按一定比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液,具体比例为:溶解粘胶:调配好的阻燃剂溶液 = 100%:23%,加入阻燃剂溶液后,溶解机的搅拌速度  $\geq$  160 转/分钟,进行快速搅拌,并循环研磨 30 分钟,使阻燃剂与粘胶充分混合均匀。混合后的粘胶温度为 26℃,混合胶 14 小时完成了一道过滤、脱泡、二道过滤,之后将混合胶送纺丝,并纺前注射 1.5%(对甲纤)的可纺性增强剂 WS-803 助剂,喷头规格为:1900 孔  $\times$  0.065mm 孔径。纺丝胶组成:甲纤 9.8%;含 NaOH 7.5%;落球粘度 45 秒;熟成度 13ml;胶温 25℃;纺丝浴:硫酸 120g/l;硫酸锌 18 g/l;硫酸钠 300 g/l;温度 49℃;牵伸率为:喷头牵伸 50%;塑化牵伸 30%;纤维经过切断,溜入绒毛成形槽进入精练,采用氢氧化钠或是亚硫酸钠溶液脱硫,浓度为 7g/l,温度 80℃,经过一道水洗并压榨后,采用次氯酸钠溶液漂白,浓度为 2 g/l,温度 40℃,PH 值 11,之后进行二道水洗并压榨,纤维进入固化区,采用固化阻燃剂 WS-802 固化。固化浴组成:软水:固化阻燃剂 WS-802=75%:25%;温度 50℃;固化时间 12 分钟,再经过三道水洗、压榨、上油、压榨、开松、烘干、等后处理工序得到成品纤维。

[0023] 本发明所制得纤维的干断裂强度 2.20 CN/dtex;湿断裂强度 1.10 CN/dtex;极限氧指数 30.0%,能够很好地用于纺织纱线和面料。

[0024] 实施例 2:

[0025] 先调配阻燃剂溶液,其方法为:按一定比例分别向阻燃剂调配桶加入 15% NaOH 溶液、粘胶助剂 V-32、六偏磷酸钠、硅-氮阻燃剂 WS-801,并不断搅拌,即:15% NaOH 溶液:粘胶助剂 V-32:六偏磷酸钠:硅-氮阻燃剂 WS-801 = 6 :0.5 :0.3 :14,硅-氮阻燃剂 WS-801 比重:1.325 ~ 1.44,对调配好的阻燃剂溶液测试比重。当溶解机的粘胶溶解好之后,根据粘胶组成及胶量,按一定比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液,具体比例为:溶解粘胶:调配好的阻燃剂溶液 = 100%:25%,加入阻燃剂溶液后,溶解机的搅拌速度  $\geq$  160 转/分钟,进行快速搅拌,并循环研磨 45 分钟,使阻燃剂与粘胶充分混合均匀。混合后的粘胶温度为 26℃,混合胶 15 小时完成了一道过滤、脱泡、二道过滤,之后将混合胶送纺丝,并纺前注射 2.0%(对甲纤)的可纺性增强剂 WS-803 助剂,喷头规格为:1900 孔  $\times$  0.06mm 孔径。纺丝胶组成:甲纤 9.8%;含 NaOH 7.8%;落球粘度 40 秒;熟成度 12ml;胶温 25℃;纺丝浴:硫酸 118g/l;硫酸锌 15g/l;硫酸钠 320 g/l;温度 48℃;牵伸率为:喷头牵伸 45%;塑化牵伸 30%;纤维经过切断,溜入绒毛成形槽进入精练,采用氢氧化钠或是亚硫酸钠溶液脱硫,浓度为 6g/l,温度 80℃,经过一道水洗并压榨后,采用次氯酸钠溶液漂白,浓度为 1.5 g/l,温度 40℃,PH 值 11,之后进行二道水洗并压榨,纤维进入固化区,采用固化阻燃剂 WS-802 固化。固化浴组

成:软水;固化阻燃剂 WS-802=80%:20%;温度 60℃;固化时间 10 分钟,再经过三道水洗、压榨、上油、压榨、开松、烘干、等后处理工序得到成品纤维。

[0026] 本发明所制得纤维的干断裂强度 2.10 CN/dtex;湿断裂强度 1.05 CN/dtex;极限氧指数 28.5%,能够很好地用于纺织纱线和面料。

[0027] 实施例 3:

[0028] 先调配阻燃剂溶液,其方法为:按一定比例分别向阻燃剂调配桶加入 20% NaOH 溶液、粘胶助剂 V-32、六偏磷酸钠、硅-氮阻燃剂 WS-801,并不断搅拌,即:20% NaOH:粘胶助剂 V-32:六偏磷酸钠:硅-氮阻燃剂 WS-801 = 4:0.8:0.2:15,阻燃剂 801 比重:1.325~1.44,对调配好的阻燃剂溶液测试比重。当溶解机的粘胶溶解好之后,根据粘胶组成及胶量,按一定比例缓慢加入调配好的阻燃剂溶液,具体比例为:溶解粘胶:调配好的阻燃剂溶液=100:25%,加入阻燃剂溶液后,溶解机的搅拌速度 $\geq$ 160 转/分钟,进行快速搅拌,并循环研磨 60 分钟,使阻燃剂与粘胶充分混合均匀。混合后的粘胶温度为 23℃,混合胶 12 小时完成了一道过滤、脱泡、二道过滤,之后将混合胶送纺丝,并纺前注射 2.5% (对甲纤)的可纺性增强剂 WS-803 助剂,喷头规格为:1750 孔 $\times$ 0.062mm 孔径。纺丝胶组成:甲纤 9.8%;含 NaOH 8.0%;落球粘度 33 秒;熟成度 13ml;胶温 25℃;纺丝浴:硫酸 115g/l;硫酸锌 16 g/l;硫酸钠 330 g/l;温度 49℃;牵伸率为:喷头牵伸 35%;塑化牵伸 35%;纤维经过切断,溜入绒毛成形槽进入精练,采用氢氧化钠或是亚硫酸钠溶液脱硫,浓度为 7g/l,温度 80℃,经过一道水洗并压榨后,采用次氯酸钠溶液漂白,浓度为 2 g/l,温度 40℃,PH 值 11,之后进行二道水洗并压榨,纤维进入固化区,采用固化阻燃剂 WS-802 固化。固化浴组成:软水:固化阻燃剂 WS-802=70%:30%;温度 55℃;固化时间 12 分钟,再经过三道水洗、压榨、上油、压榨、开松、烘干、等后处理工序得到成品纤维。

[0029] 本发明所制得纤维的干断裂强度,2.10 CN/dtex;湿断裂强度 1.05CN/dtex;极限氧指数 29.5%,能够很好地用于纺织纱线和面料。

[0030] 凡是本发明实施例技术方案和技术特征的简单变形或组合,均应认为落入本发明的保护范围。