



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104727145 A

(43) 申请公布日 2015.06.24

(21) 申请号 201510120508.X

*D06M 101/06*(2006.01)

(22) 申请日 2015.03.19

(71) 申请人 苏州陈恒织造有限公司

地址 215101 江苏省苏州市吴中区木渎镇藏书勤丰村

(72) 发明人 陈菊媛 叶冬明

(74) 专利代理机构 南京利丰知识产权代理事务所(特殊普通合伙) 32256

代理人 任立

(51) Int. Cl.

*D06M 13/44*(2006.01)

*D06M 13/50*(2006.01)

*D06M 13/358*(2006.01)

*D06M 13/432*(2006.01)

*D06M 13/292*(2006.01)

*C07F 9/6593*(2006.01)

*C07F 9/6521*(2006.01)

*C07F 9/09*(2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种棉用环保型阻燃剂的制备方法以及应用

(57) 摘要

本发明公开了一种棉用环保型阻燃剂的制备方法,该方法先分别制备出无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂,然后将制备出的阻燃剂进行混合制备出棉用环保型阻燃剂,该阻燃剂具有高效、低烟、低毒性,对织物损伤小,并且原料环保、价格便,该制备方法工艺简单、产率高;本发明还设计一种棉用环保型阻燃剂的应用,将该阻燃剂应用到织物中,整理后的织物阻燃效果较好,且对织物的柔软性没有大的影响。

1. 一种棉用环保型阻燃剂的制备方法,其特征在于,该制备方法具体步骤如下:

(一) 无醛阻燃剂的制备

(1) 将亚磷酸二乙酯、邻苯二甲酸二乙酯加入装有搅拌器、球形冷凝管、温度计和恒压漏斗的四口烧瓶中,在慢慢滴加丙烯酰胺,40℃保温;待丙烯酰胺溶解后,滴加甲醇钠溶液,缓慢升温至 70-75℃,反应 4-5h 得到中间体 3-二乙氧基磷酰基丙酰胺;

(2) 在 60-65℃下,向装有中间体 3-二乙氧基磷酰基丙酰胺的四口烧瓶中底加溶有六氯环氧磷腈的四氢呋喃溶液,充分搅拌,并加入一定量的三乙胺作为缚酸剂,通入氮气除去反应装置中的空气和水汽,反应结束后,过滤除去三乙胺盐酸盐,减压旋蒸除去溶剂,得到无醛阻燃剂;

(二) 磷氮硅三元阻燃剂的制备

(1) 向装有冷凝管、滴液漏斗的三口烧瓶中通入氮气 5-10min,依次加入磷酸和乙醇,将  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷逐滴加入,滴加速度控制在 3-5g/min,在室温下反应 3-4h;反应结束后,将三口烧瓶置于恒温水浴锅内,用旋转蒸发器减压蒸馏除去溶剂和低沸物,即得到磷硅二元阻燃剂;

其中整个反应过程保持连续机械搅拌,搅拌速度为 300-400r/min;

(2) 在容器中加入磷硅二元阻燃剂和脲,室温下连续机械搅拌 5-10min,得到磷氮硅三元阻燃剂;

(三) 磷元素协同阻燃剂的制备

在装有搅拌器、温度计和高效回流冷凝管的三口烧瓶中,用氮气赶尽瓶内的空气,将三聚氯氰溶于二氧六环中,将该溶液加入到三口烧瓶中,在 15℃下,将苯基次膦酸二乙酯三分之一的量滴加到三口烧瓶中,控制反应温度 20℃,保持 20-25min;然后升温至 40℃,再滴加苯基次膦酸二乙酯三分之一的量,反应 2h;最后滴加余下的苯基次膦酸二乙酯,升温至 80℃,持续反应 4-5h,蒸馏出二氧六环,再减压蒸出少量低沸物,然后冷却 50℃,加入乙酸乙酯使其溶解,再滴加石油醚使产品完全析出、真空干燥,得到淡黄色固体即磷元素协同阻燃剂;

(四) 棉用环保型阻燃剂的制备

(1) 将无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂按质量比 4:3:1 加入丙三醇溶液中搅拌均匀;

(2) 向上述步骤(1)中加入植酸和尿素,再加入少量的去离子水,在超声波振荡器中完全溶解;

其中,所述的植酸和尿素的质量比为 3:1;

(3) 向上述步骤(2)中加入浓氨水中和溶液,调节 PH 为 5-6,最后即得到棉用环保型阻燃剂。

2. 根据权利要求 1 所述的棉用环保型阻燃剂的制备方法,其特征在于:步骤(一)中所述的亚磷酸二乙酯和邻苯二甲酸二乙酯的质量比为 3:5-4:5;甲醇钠与丙烯酰胺质量比为 1.2:1;所述的六氯环氧磷腈、3-二乙氧基磷酰基丙酰胺的质量比为 1:2。

3. 根据权利要求 1 所述的棉用环保型阻燃剂的制备方法,其特征在于:步骤(二)中所述的磷酸与乙醇的体积比为 1:3,所述的磷酸和  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷的摩尔比为 1:1;所述的磷硅二元阻燃剂和脲的质量比为 1:3。

4. 一种棉用环保型阻燃剂的应用,其特征在於,该阻燃剂应用于对棉织物的整理中流程如下:配置工作液→两浸两轧→一次烘干→焙烘→皂洗→水洗→二次烘干,具体步骤如下:

(1)配置工作液:将棉用环保型阻燃剂加入到水中,搅拌均匀,然后加入渗透剂,渗透剂浓度为:1g/L,搅拌成均相待用;

其中所述的渗透剂为 JFC 渗透剂;

(2)两浸两轧:用中性洗衣粉洗涤棉织物、清水漂洗三次、脱水、烘干后进行两浸两轧,其中轧液率为 80%;

(3)一次烘干:将经过两浸两轧后的棉织物放入真空干燥箱中干燥,干燥温度为 95-100℃,干燥时间为 5-10min;

(4)焙烘干:将棉织物进行焙烘,焙烘温度为 140℃,时间为 2-3min;

(5)中和:将棉织物浸入到碳酸钠的溶液中处理,处理时间为 10-15min,碳酸钠浓度为 20-25g/L,浸泡处理温度为 40-50℃;

(6)皂洗:将棉织物在 60℃的皂液中处理 3-5min,其中皂粉为 5g/L;

(7)水洗:将棉织物用水洗涤 8-10 遍;

(8)二次烘干:将棉织物放入真空干燥箱中烘干,烘干温度为 50-60℃。

## 一种棉用环保型阻燃剂的制备方法以及应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于纺织助剂制备领域,具体涉及一种棉用环保型阻燃剂的制备方法以及应用。

### 背景技术

[0002] 随着经济水平的提高,纺织品消费量逐年递增,种类也层出不穷,棉织物是众多纺织品领域中应用最为广泛的一种,但由于棉纤维的极限氧指数仅为 18.0,其属于易燃纤维,尤其是近年来随着棉织物需求量的不断增加而引起的火灾数量呈逐年上升的趋势。因此,对棉织物进行阻燃整理显得尤为重要。

[0003] 织物阻燃剂需要满足以下要求:(1)能同时抑制有焰和无焰燃烧;(2)使用量较少,阻燃效果好;(3)阻燃性能持久,具有耐洗性;(4)阻燃剂对人体没有伤害,织物整理后可直接与人体接触;(5)受热或燃烧的产物低毒,对环境友好;(6)织物的物理机械性能和外观基本不受影响;(7)使用简单方便、价格低廉。但是目前商业中的阻燃剂都达不到上述的所有要求。

[0004] 目前我国阻燃剂市场以卤素阻燃为主,其占有率高达 80% 以上,但这类阻燃剂在燃烧过程中会释放出大量具有刺激性或腐蚀性卤化氢气体,严重威胁人们的生命安全。棉织品的阻燃剂是高附加值产品,但目前大多数棉用耐久阻燃剂均是由甲醛生成的羟甲基作为反应性基团与纤维素纤维交联,整理织物存在游离甲醛释放问题;而无羟甲基的阻燃剂耐洗性差。

[0005] 磷腈衍生物是具有磷-氮协同效应的膨胀型阻燃剂,不含卤素,绿色环保,倍受阻燃剂研究的关注,其氧指数可达到 27-65%,但磷腈衍生物多不含有活性基团,致使织物及纤维整理耐洗牢度不高,限制了应用领域。因此开发一种高效、低烟、低毒甚至无毒阻燃剂是本技术领域人员亟需解决的问题。

### 发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是,针对以上现有技术存在的缺点,提出一种棉用环保型阻燃剂的制备方法以及应用,该棉用环保型阻燃剂高效、低烟、低毒性,对织物损伤小,并且原料环保、价格便,该制备方法工艺简单、产率高,应用到织物中对织物进行整理后,织物阻燃效果较好,且对织物的柔软性没有大的影响。

[0007] 本发明解决以上技术问题的技术方案是:

一种棉用环保型阻燃剂的制备方法,该制备方法具体步骤如下:

#### (一) 无醛阻燃剂的制备

(1) 将亚磷酸二乙酯、邻苯二甲酸二乙酯加入装有搅拌器、球形冷凝管、温度计和恒压漏斗的四口烧瓶中,在慢慢滴加丙烯酰胺,40℃保温;待丙烯酰胺溶解后,滴加甲醇钠溶液,缓慢升温至 70-75℃,反应 4-5h 得到中间体 3-二乙氧基磷酰基丙酰胺;

(2) 在 60-65℃下,向装有中间体 3-二乙氧基磷酰基丙酰胺的四口烧瓶中底加溶有六

氯环氧磷腈的四氢呋喃溶液,充分搅拌,并加入一定量的三乙胺作为缚酸剂,通入氮气除去反应装置中的空气和水汽,反应结束后,过滤除去三乙胺盐酸盐,减压旋蒸除去溶剂,得到无醛阻燃剂;

#### (二) 磷氮硅三元阻燃剂的制备

(1)向装有冷凝管、滴液漏斗的三口烧瓶中通入氮气 5-10min,依次加入磷酸和乙醇,将  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷逐滴加入,滴加速度控制在 3-5g/min,在室温下反应 3-4h;反应结束后,将三口烧瓶置于恒温水浴锅内,用旋转蒸发器减压蒸馏除去溶剂和低沸物,即得到磷硅二元阻燃剂。其中整个反应过程保持连续机械搅拌,搅拌速度为 300-400r/min;

(2)在容器中加入磷硅二元阻燃剂和脲,室温下连续机械搅拌 5-10min,得到磷氮硅三元阻燃剂;

#### (三) 磷元素协同阻燃剂的制备

在装有搅拌器、温度计和高效回流冷凝管的三口烧瓶中,用氮气赶尽瓶内的空气,将三聚氰氨溶于二氧六环中,将该溶液加入到三口烧瓶中,在 15℃下,将苯基次磷酸二乙酯三分之一的量滴加到三口烧瓶中,控制反应温度 20℃,保持 20-25min;然后升温至 40℃,再滴加苯基次磷酸二乙酯三分之一的量,反应 2h;最后滴加余下的苯基次磷酸二乙酯,升温至 80℃,持续反应 4-5h,蒸馏出二氧六环,再减压蒸出少量低沸物,然后冷却 50℃,加入乙酸乙酯使其溶解,再滴加石油醚使产品完全析出、真空干燥,得到淡黄色固体即磷元素协同阻燃剂;

#### (四) 棉用环保型阻燃剂的制备

(1)将无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂按质量比 4:3:1 加入丙三醇溶液中搅拌均匀;

(2)向上述步骤(1)中加入植酸和尿素,再加入少量的去离子水,在超声波振荡器中完全溶解;

其中,所述的植酸和尿素的质量比为 3:1;

(3)向上述步骤(2)中加入浓氨水中和溶液,调节 PH 为 5-6,最后即得到棉用环保型阻燃剂。

[0008] 本发明进一步的技术方案为:

前述棉用环保型阻燃剂的制备方法中,步骤(一)中所述的亚磷酸二乙酯和邻苯二甲酸二乙酯的质量比为 3:5-4:5;甲醇钠与丙烯酰胺质量比为 1.2:1;六氯环氧磷腈、3-二乙氧基磷酰基丙酰胺的质量比为 1:2。

[0009] 前述棉用环保型阻燃剂的制备方法中,步骤(二)中所述的磷酸与乙醇的体积比为 1:3,磷酸和  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷的摩尔比为 1:1;磷硅二元阻燃剂和脲的质量比为 1:3。

[0010] 本发明还设计一种棉用环保型阻燃剂的应用,该阻燃剂应用于对棉织物的整理中流程如下:配置工作液→两浸两轧→一次烘干→焙烘→皂洗→水洗→二次烘干,具体步骤如下:

#### (1) 配置工作液

将棉用环保型阻燃剂加入到水中,搅拌均匀,然后加入渗透剂,渗透剂浓度为:1g/L,搅

拌成均相待用；

其中渗透剂为 JFC 渗透剂；

(2) 两浸两轧

用中性洗衣粉洗涤棉织物、清水漂洗三次、脱水、烘干后进行两浸两轧，其中轧液率为 80%；

(3) 一次烘干

将经过两浸两轧后的棉织物放入真空干燥箱中干燥，干燥温度为 95-100℃，干燥时间为 5-10min；

(4) 焙烘干

将棉织物进行焙烘，焙烘温度为 140℃，时间为 2-3min；

(5) 中和

将棉织物浸入到碳酸钠的溶液中处理，处理时间为 10-15min，碳酸钠浓度为 20-25g/L，浸泡处理温度为 40-50℃；

(6) 皂洗

将棉织物在 60℃ 的皂液中处理 3-5min，其中皂粉为 5g/L；

(7) 水洗

将棉织物用水洗涤 8-10 遍；

(8) 二次烘干

将棉织物放入真空干燥箱中烘干，烘干温度为 50-60℃。

[0011] 本发明的有益效果是：

(1) 本发明中制备的一种耐洗、无醛和高效的棉用耐久阻燃剂，该利用合成的阻燃剂与多元醇配置含有羟基的环三磷腈衍生物整理液，使其与纤维素纤维发生交联反应，以提高整理棉织物的阻燃性和耐洗性。

[0012] (2) 本发明制备的环保型阻燃剂不仅具有良好的阻燃效果，也具有无毒、无致癌性、无有毒性气体甲醛的释放。

[0013] (3) 本发明中以植酸作为酸源、丙三醇作为碳源、尿素作为气源、配制成的新型棉用膨胀阻燃剂，可以有效的对棉织物进行阻燃整理，阻燃效果较好，对织物损伤小，并且原料环保、价格便。

[0014] (4) 本发明中加入的磷元素协同阻燃剂的合成工艺简单、产率高、阻燃效果好，具有广阔的前景。

[0015] (5) 本发明中将几种不同的阻燃剂混合形成一种新的阻燃体系，共同阻燃效果大于各阻燃成分单独作用之和，协同效应不仅能提高阻燃体系的效率，而且能减少体系中某种成分或全部成分的用量。

[0016] (6) 本发明中添加了硅系阻燃剂，在经过硅系阻燃系整理棉织物后，棉织物阻燃性能明显提高，且对织物的柔软性没有大的影响。

## 具体实施方式

[0017] 实施例 1

本实施例提供一种棉用环保型阻燃剂的制备方法，该制备方法具体步骤如下：

### (一) 无醛阻燃剂的制备

(1) 将亚磷酸二乙酯、邻苯二甲酸二乙酯加入装有搅拌器、球形冷凝管、温度计和恒压漏斗的四口烧瓶中,在慢慢滴加丙烯酰胺,40℃保温;待丙烯酰胺溶解后,滴加甲醇钠溶液,缓慢升温至70℃,反应5h得到中间体3-二乙氧基膦酰基丙酰胺;

亚磷酸二乙酯和邻苯二甲酸二乙酯的质量比为4:5;甲醇钠与丙烯酰胺质量比为1.2:1;

(2)在63℃下,向装有中间体3-二乙氧基膦酰基丙酰胺的四口烧瓶中底加溶有六氯环氧磷腈的四氢呋喃溶液,充分搅拌,并加入一定量的三乙胺作为缚酸剂,通入氮气除去反应装置中的空气和水汽,反应结束后,过滤除去三乙胺盐酸盐,减压旋蒸除去溶剂,得到无醛阻燃剂;

六氯环氧磷腈、3-二乙氧基膦酰基丙酰胺的质量比为1:2;

### (二) 磷氮硅三元阻燃剂的制备

(1) 向装有冷凝管、滴液漏斗的三口烧瓶中通入氮气8min,依次加入磷酸和乙醇,将 $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷逐滴加入,滴加速度控制在3g/min,在室温下反应4h;反应结束后,将三口烧瓶置于恒温水浴锅内,用旋转蒸发器减压蒸馏除去溶剂和低沸物,即得到磷硅二元阻燃剂,其中整个反应过程保持连续机械搅拌,搅拌速度为400r/min;

磷酸与乙醇的体积比为1:3,所述的磷酸和 $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷的摩尔比为1:1;

(2)在容器中加入磷硅二元阻燃剂和脲,室温下连续机械搅拌8min,得到磷氮硅三元阻燃剂;

磷硅二元阻燃剂和脲的质量比为1:3;

### (三) 磷元素协同阻燃剂的制备

在装有搅拌器、温度计和高效回流冷凝管的三口烧瓶中,用氮气赶尽瓶内的空气,将三聚氰氨溶于二氧六环中,将该溶液加入到三口烧瓶中,在15℃下,将苯基次膦酸二乙酯三分之一的量滴加到三口烧瓶中,控制反应温度20℃,保持20min;然后升温至40℃,再滴加苯基次膦酸二乙酯三分之一的量,反应2h;最后滴加余下的苯基次膦酸二乙酯,升温至80℃,持续反应4h,蒸馏出二氧六环,再减压蒸出少量低沸物,然后冷却50℃,加入乙酸乙酯使其溶解,再滴加石油醚使产品完全析出、真空干燥,得到淡黄色固体即磷元素协同阻燃剂;

### (四) 棉用环保型阻燃剂的制备

(1) 将无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂按质量比4:3:1加入丙三醇溶液中搅拌均匀;

(2) 向上述步骤(1)中加入植酸和尿素,再加入少量的去离子水,在超声波振荡器中完全溶解;

其中,植酸和尿素的质量比为3:1;

(3) 向上述步骤(2)中加入浓氨水中和溶液,调节PH为6,最后即得到棉用环保型阻燃剂。

[0018] 一种棉用环保型阻燃剂的应用,该阻燃剂应用于对棉织物的整理中流程如下:配置工作液→两浸两轧→一次烘干→焙烘→皂洗→水洗→二次烘干,具体步骤如下:

#### (1) 配置工作液

将棉用环保型阻燃剂加入到水中,搅拌均匀,然后加入渗透剂,渗透剂浓度为:1g/L,搅拌均匀相待用;

其中所述的渗透剂为 JFC 渗透剂;

(2) 两浸两轧

用中性洗衣粉洗涤棉织物、清水漂洗三次、脱水、烘干后进行两浸两轧,其中轧液率为 80%;

(3) 一次烘干

将经过两浸两轧后的棉织物放入真空干燥箱中干燥,干燥温度为 95℃,干燥时间为 10min;

(4) 焙烘干

将棉织物进行焙烘,焙烘温度为 140℃,时间为 3min;

(5) 中和

将棉织物浸入到碳酸钠的溶液中进行处理,处理时间为 10min,碳酸钠浓度为 23g/L,浸泡处理温度为 45℃;

(6) 皂洗

将棉织物在 60℃ 的皂液中进行处理 4min,其中皂粉为 5g/L;

(7) 水洗

将棉织物用水洗涤 10 遍;

(8) 二次烘干

将棉织物放入真空干燥箱中烘干,烘干温度为 60℃。

#### [0019] 实施例 2

本实施例提供一种棉用环保型阻燃剂的制备方法,该制备方法具体步骤如下:

(一) 无醛阻燃剂的制备

(1) 将亚磷酸二乙酯、邻苯二甲酸二乙酯加入装有搅拌器、球形冷凝管、温度计和恒压漏斗的四口烧瓶中,在慢慢滴加丙烯酰胺,40℃ 保温;待丙烯酰胺溶解后,滴加甲醇钠溶液,缓慢升温至 75℃,反应 4h 得到中间体 3-二乙氧基膦酰基丙酰胺;

亚磷酸二乙酯和邻苯二甲酸二乙酯的质量比为 3:5;甲醇钠与丙烯酰胺质量比为 1.2:1;

(2) 在 60℃ 下,向装有中间体 3-二乙氧基膦酰基丙酰胺的四口烧瓶中底加溶有六氯环氧磷腈的四氢呋喃溶液,充分搅拌,并加入一定量的三乙胺作为缚酸剂,通入氮气除去反应装置中的空气和水汽,反应结束后,过滤除去三乙胺盐酸盐,减压旋蒸除去溶剂,得到无醛阻燃剂;

六氯环氧磷腈、3-二乙氧基膦酰基丙酰胺的质量比为 1:2;

(二) 磷氮硅三元阻燃剂的制备

(1) 向装有冷凝管、滴液漏斗的三口烧瓶中通入氮气 10min,依次加入磷酸和乙醇,将  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷逐滴加入,滴加速度控制在 5g/min,在室温下反应 3h;反应结束后,将三口烧瓶置于恒温水浴锅内,用旋转蒸发器减压蒸馏除去溶剂和低沸物,即得到磷硅二元阻燃剂,其中整个反应过程保持连续机械搅拌,搅拌速度为 350r/min;

磷酸与乙醇的体积比为 1:3,所述的磷酸和  $\gamma$ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷的



摩尔比为 1:1；

(2) 在容器中加入磷硅二元阻燃剂和脲，室温下连续机械搅拌 10min，得到磷氮硅三元阻燃剂；

磷硅二元阻燃剂和脲的质量比为 1:3；

(三) 磷元素协同阻燃剂的制备

在装有搅拌器、温度计和高效回流冷凝管的三口烧瓶中，用氮气赶尽瓶内的空气，将三聚氯氰溶于二氧六环中，将该溶液加入到三口烧瓶中，在 15℃ 下，将苯基次膦酸二乙酯三分之一的量滴加到三口烧瓶中，控制反应温度 20℃，保持 25min；然后升温至 40℃，再滴加苯基次膦酸二乙酯三分之一的量，反应 2h；最后滴加余下的苯基次膦酸二乙酯，升温至 80℃，持续反应 4h，蒸馏出二氧六环，再减压蒸出少量低沸物，然后冷却 50℃，加入乙酸乙酯使其溶解，再滴加石油醚使产品完全析出、真空干燥，得到淡黄色固体即磷元素协同阻燃剂；

(四) 棉用环保型阻燃剂的制备

(1) 将无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂按质量比 4:3:1 加入丙三醇溶液中搅拌均匀；

(2) 向上述步骤(1)中加入植酸和尿素，再加入少量的去离子水，在超声波振荡器中完全溶解；

其中，植酸和尿素的质量比为 3:1；

(3) 向上述步骤(2)中加入浓氨水中和溶液，调节 PH 为 5，最后即得到棉用环保型阻燃剂。

[0020] 一种棉用环保型阻燃剂的应用，该阻燃剂应用于对棉织物的整理中流程如下：配置工作液→两浸两轧→一次烘干→焙烘→皂洗→水洗→二次烘干，具体步骤如下：

(1) 配置工作液

将棉用环保型阻燃剂加入到水中，搅拌均匀，然后加入渗透剂，渗透剂浓度为 :1g/L，搅拌成均相待用；

其中所述的渗透剂为 JFC 渗透剂；

(2) 两浸两轧

用中性洗衣粉洗涤棉织物、清水漂洗三次、脱水、烘干后进行两浸两轧，其中轧液率为 80%；

(3) 一次烘干

将经过两浸两轧后的棉织物放入真空干燥箱中干燥，干燥温度为 100℃，干燥时间为 5min；

(4) 焙烘干

将棉织物进行焙烘，焙烘温度为 140℃，时间为 2min；

(5) 中和

将棉织物浸入到碳酸钠的溶液中进行处理，处理时间为 15min，碳酸钠浓度为 20g/L，浸泡处理温度为 40℃；

(6) 皂洗

将棉织物在 60℃ 的皂液中进行处理 3min，其中皂粉为 5g/L；

(7) 水洗

将棉织物用水洗涤 8 遍；

(8) 二次烘干

将棉织物放入真空干燥箱中烘干,烘干温度为 50℃。

#### [0021] 实施例 3

本实施例提供一种棉用环保型阻燃剂的制备方法,该制备方法具体步骤如下：

##### (一) 无醛阻燃剂的制备

(1) 将亚磷酸二乙酯、邻苯二甲酸二乙酯加入装有搅拌器、球形冷凝管、温度计和恒压漏斗的四口烧瓶中,在慢慢滴加丙烯酰胺,40℃保温；待丙烯酰胺溶解后,滴加甲醇钠溶液,缓慢升温至 72℃,反应 4h 得到中间体 3- 二乙氧基磷酰基丙酰胺；

亚磷酸二乙酯和邻苯二甲酸二乙酯的质量比为 7 :10 ;甲醇钠与丙烯酰胺质量比为 1. 2:1 ；

(2)在 65℃下,向装有中间体 3- 二乙氧基磷酰基丙酰胺的四口烧瓶中底加溶有六氯环氧磷腈的四氢呋喃溶液,充分搅拌,并加入一定量的三乙胺作为缚酸剂,通入氮气除去反应装置中的空气和水汽,反应结束后,过滤除去三乙胺盐酸盐,减压旋蒸除去溶剂,得到无醛阻燃剂；

六氯环氧磷腈、3- 二乙氧基磷酰基丙酰胺的质量比为 1:2 ；

##### (二) 磷氮硅三元阻燃剂的制备

(1) 向装有冷凝管、滴液漏斗的三口烧瓶中通入氮气 5min,依次加入磷酸和乙醇,将  $\gamma$  - (2, 3- 环氧丙氧基) 丙基三甲氧硅烷逐滴加入,滴加速度控制在 4g/min,在室温下反应 4h ;反应结束后,将三口烧瓶置于恒温水浴锅内,用旋转蒸发器减压蒸馏除去溶剂和低沸物,即得到磷硅二元阻燃剂。其中整个反应过程保持连续机械搅拌,搅拌速度为 300r/min ；

磷酸与乙醇的体积比为 1:3,所述的磷酸和  $\gamma$  - (2, 3- 环氧丙氧基)丙基三甲氧硅烷的摩尔比为 1:1 ；

(2)在容器中加入磷硅二元阻燃剂和脲,室温下连续机械搅拌 5min,得到磷氮硅三元阻燃剂；

磷硅二元阻燃剂和脲的质量比为 1:3 ；

##### (三) 磷元素协同阻燃剂的制备

在装有搅拌器、温度计和高效回流冷凝管的三口烧瓶中,用氮气赶尽瓶内的空气,将三聚氰氨溶于二氧六环中,将该溶液加入到三口烧瓶中,在 15℃下,将苯基次磷酸二乙酯三分之一的量滴加到三口烧瓶中,控制反应温度 20℃,保持 23min ;然后升温至 40℃,再滴加苯基次磷酸二乙酯三分之一的量,反应 2h ;最后滴加余下的苯基次磷酸二乙酯,升温至 80℃,持续反应 5h,蒸馏出二氧六环,再减压蒸出少量低沸物,然后冷却 50℃,加入乙酸乙酯使其溶解,再滴加石油醚使产品完全析出、真空干燥,得到淡黄色固体即磷元素协同阻燃剂；

##### (四) 棉用环保型阻燃剂的制备

(1) 将无醛阻燃剂、磷氮硅三元阻燃剂、磷元素协同阻燃剂按质量比 4:3:1 加入丙三醇溶液中搅拌均匀；

(2) 向上述步骤(1) 中加入植酸和尿素,再加入少量的去离子水,在超声波振荡器中完全溶解；

其中,植酸和尿素的质量比为 3:1 ；

(3) 向上述步骤(2)中加入浓氨水中和溶液,调节 PH 为 5,最后即得到棉用环保型阻燃剂。

[0022] 一种棉用环保型阻燃剂的应用,该阻燃剂应用于对棉织物的整理中流程如下:配置工作液→两浸两轧→一次烘干→焙烘→皂洗→水洗→二次烘干,具体步骤如下:

(1) 配置工作液

将棉用环保型阻燃剂加入到水中,搅拌均匀,然后加入渗透剂,渗透剂浓度为:1g/L,搅拌均匀相待用;

其中所述的渗透剂为 JFC 渗透剂;

(2) 两浸两轧

用中性洗衣粉洗涤棉织物、清水漂洗三次、脱水、烘干后进行两浸两轧,其中轧液率为 80%;

(3) 一次烘干

将经过两浸两轧后的棉织物放入真空干燥箱中干燥,干燥温度为 97℃,干燥时间为 8min;

(4) 焙烘干

将棉织物进行焙烘,焙烘温度为 140℃,时间为 2min;

(5) 中和

将棉织物浸入到碳酸钠的溶液中处理,处理时间为 12min,碳酸钠浓度为 25g/L,浸泡处理温度为 50℃;

(6) 皂洗

将棉织物在 60℃的皂液中处理 5min,其中皂粉为 5g/L;

(7) 水洗

将棉织物用水洗涤 9 遍;

(8) 二次烘干

将棉织物放入真空干燥箱中烘干,烘干温度为 55℃。

[0023] 除上述实施例外,本发明还可以有其他实施方式。凡采用等同替换或等效变换形成的技术方案,均落在本发明要求的保护范围。