



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102040790 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 09

(21) 申请号 201010263723. 2

C09D 133/10(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 08. 18

C09D 5/18(2006. 01)

(73) 专利权人 中国科学院成都有机化学有限公司

C09J 131/04(2006. 01)

地址 610041 四川省成都市高新区创业东路
高新大厦

C09J 133/08(2006. 01)

C09J 133/10(2006. 01)

C09J 11/04(2006. 01)

D06M 15/333(2006. 01)

(72) 发明人 刘白玲 赵春霞 罗荣 陈华林

D06M 15/263(2006. 01)

D06M 11/71(2006. 01)

(51) Int. Cl.

C08L 31/04(2006. 01)

C08L 33/08(2006. 01)

C08L 33/10(2006. 01)

C08K 3/22(2006. 01)

C08K 3/34(2006. 01)

C08K 3/32(2006. 01)

C08F 118/08(2006. 01)

C08F 218/08(2006. 01)

C08F 220/18(2006. 01)

C08F 2/24(2006. 01)

C09D 131/04(2006. 01)

C09D 133/08(2006. 01)

(56) 对比文件

US 4035315 , 1977. 07. 12, 说明书第 3 栏第
20-37 行 .

US 4009137 , 1977. 02. 22, 实施例 1-6.

审查员 祖胜臻

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种防火型聚醋酸乙烯酯类乳液及其制备方法

(57) 摘要

本发明是一种防火型聚醋酸乙烯酯类乳液及其制备方法, 本发明提供的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液中的主要防火成分聚磷酸铵粒径较小同时无机填料与聚醋酸乙烯酯或聚醋酸乙烯酯共聚物之间有较强的氢键作用力并且颗粒较小, 避免了已有技术外加防火剂所带来的一系列问题。本发明公开的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液具有很好的粘结强度以及可成膜等性能, 在作为室内外饰面防火涂料、织布防火整理剂、防火粘合剂等方面是很有价值的。同时本发明公开的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液在生产和使用过程中无有害物质产生, 生产工艺简单、易于控制。

1. 一种防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于:该乳液是由醋酸乙烯酯均聚物或共聚物与水、保护胶体、乳化剂、磷-氮防火剂和无机填料组成;防火型聚醋酸乙烯酯类乳液中醋酸乙烯酯 10 ~ 60 份、共聚单体 0 ~ 40 份、水 30 ~ 80 份、引发剂 0.2 ~ 3 份、乳化剂 0.6 ~ 7 份、保护胶体 0 ~ 7 份、磷-氮化合物 10 ~ 50 份、无机填料 0.2 ~ 10 份。

2. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,所述乳化剂为离子型或离子型与非离子型乳化剂的混合体系,其中,混合乳化剂中离子型与非离子型质量比为 1 : 10 ~ 10 : 1;阴离子型乳化剂为选自正烷基硫酸钠盐、正烷基磺酸钠盐、烷基芳基磺酸盐的一种或一种以上;阳离子型乳化剂为选自脂肪胺盐、季铵盐、咪唑啉、吗啉胍类、三嗪类衍生物中的一种或一种以上;非离子型乳化剂为选自甘油单硬脂酸酯、辛基酚聚氧乙烯醇、壬基酚聚氧乙醚、吐温 60、吐温 80、吐温 20、司班 80 及司班 65 中的一种或一种以上。

3. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,所述引发剂为水溶性的过氧类或水溶性氧化还原体系中的任一种,其中水溶性过氧类引发剂为过硫酸钾、过硫酸铵中的任一种;水溶性氧化还原体系中氧化剂为过氧化氢、过硫酸盐、氢过氧化物、四价铈盐、高锰酸钾中的任一种;还原剂为 Fe^{2+} 、 Cu^+ 、 NaHSO_3 、 Na_2SO_3 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、醇、胺、草酸、葡萄糖中的任一种。

4. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,所述共聚单体为丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸正辛酯、马来酸二丁酯、甲基丙烯酸月桂酯、异戊二烯、戊烯、甲基乙烯基醚中的一种或几种。

5. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,所述保护胶体为聚乙烯醇、聚丙烯酰胺、羟甲基纤维素、乙基纤维素的一种或一种以上的混合物;聚乙烯醇聚合度为 500 ~ 2400,醇解度为 88% 或 88% 以上。

6. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,所述无机填料选自双羟基氧化物、膨润土、硅藻土、蒙脱土、不溶或难溶型金属氢氧化物以及不溶或难溶型金属氧化物中的任一种或一种以上。

7. 根据权利要求 1 所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液,其特征在于,其中含有 10 ~ 50 份聚合度为 30 ~ 6000 的聚磷酸铵;含有 0.2 ~ 10 份的选自双羟基氧化物、膨润土、硅藻土、蒙脱土、不溶或难溶型金属氢氧化物以及不溶或难溶型金属氧化物中的任一种或一种以上的混合物。

8. 一种制备权利要求 1-7 之一所述的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液的方法,其特征在于该方法的工艺步骤和条件如下:

1) 将 0.6 ~ 7 份乳化剂、0 ~ 7 份保护胶体、0.2 ~ 1 份无机填料加入到 20 ~ 60 份水中,在室温 ~ 75℃ 下搅拌溶解 10 ~ 60 分钟;

2) 将 0.2 ~ 3 份引发剂溶在 10 ~ 20 份水中,并将 10 ~ 60 份醋酸乙烯酯和 0 ~ 40 份共聚单体混合均匀,在 50 ~ 75℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂,单体和引发剂在 1.0 ~ 3.5 小时滴完;

3) 单体和引发剂滴加完后继续反应 0.5 ~ 1.5 小时后,将反应体系升温至 80 ~ 95℃,搅拌条件下保温反应 1 ~ 3 小时,降温至室温,调节 pH 值为 5 ~ 12,出料。

一种防火型聚醋酸乙烯酯类乳液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于防火型聚醋酸乙烯酯类乳液及其制备方法技术领域,具体涉及一种无卤高效防火型聚醋酸乙烯酯类乳液及其制备方法。

背景技术

[0002] 自 20 世纪 30 年代,有机高分子材料进入国民经济各个领域及人民生活的各个方面后,人类开始面临新的火灾威胁。原因是这类材料绝大部分是易燃或可燃的。2008 年我国共发生火灾 13.3 万起(不含森林、草原、军队以及矿井),死亡 1385 人,受伤 684 人,直接财产损失 15 亿元。因此,对高分子材料的防火研究具有重要的现实意义。

[0003] 聚醋酸乙烯酯(polyvinylacetate,简称 PVA, PVAc),又称聚乙酸乙烯酯、聚醋酸乙烯树脂(vinyl acetate resin)或聚乙酸乙烯树脂。聚醋酸乙烯酯由醋酸乙烯酯经自由基聚合制的,而醋酸乙烯酯由醋酸和乙炔制得,醋酸又可由乙炔制取,简而言之聚醋酸乙烯酯可以完全由乙炔制得。至于乙炔,它可用生石灰和无烟煤(或焦炭)制成电石,再加水分解而得,也可以从烃类化合物如天然气和石油废气分解而得。由此足见聚醋酸乙烯酯初始生产原料来源极其丰富。目前世界石油资源步步匮乏,聚醋酸乙烯酯必将以其广阔的原料来源在市场上具有越来越好的发展前景。

[0004] 聚醋酸乙烯通常为乳液状,是胶粘剂产品中的重要品种,主要用作木材加工乳白胶、卷烟加工用胶及商品标签用胶。在涂料工业中,PVAc 作为纸张整理剂(粘接、涂层),粘接强度很好,但是聚醋酸乙烯酯与其它很多高分子材料一样,主要是由 C、H、O 三种元素所组成,属于可燃材料,其极限氧指数(Limit Oxygen Index,LOI)约为 19%,燃烧时伴随有大量的黑色浓烟和难闻气味。聚醋酸乙烯酯乳液的这些缺点使其应用领域受到了很大限制。因此,开展聚醋酸乙烯酯乳液的防火化设计具有迫切的现实意义。

[0005] 对聚合物乳液的防火研究主要基于物理共混的方式,研究较多的乳液为苯丙(万德立等,国外建材科技 2004,25(4);中国专利 200610018703)、硅丙(郑根稳等,中国材料科技与设计。2007,3:76)、氨基树脂(王强,化工时刊。1997,12:23-25)以及脲醛树脂等(郑崇微,山西化工 2004,24(2):56;中国专利 200610027427)。采用的防火剂多为磷酸盐、多元醇以及三聚氰胺或尿素的复配体系。三聚氰胺、尿素以及多元醇在作为防火剂时,由于分子量小,在潮湿环境中容易从膜材料中析出,使防火材料失去防火性能。

[0006] 目前,基于醋酸乙烯酯均聚乳液或醋酸乙烯酯共聚乳液的防火研究相对较少,并且多为实验室研究阶段。刘军辉等(涂料工业,2008,38(6):46)初步探讨了蒙脱土对醋丙乳液防火性能的影响,发现蒙脱土在提高涂层的力学性能和防火性能方面有一定作用,但是防火效果不是很明显。本专利旨在提高聚醋酸乙烯酯类乳液的防火性能,并抑制其在燃烧过程中释放黑色浓烟和难闻气味,可添补无卤高效防火型聚醋酸乙烯酯类乳液在市场上的空白,拓展聚醋酸乙烯酯类乳液的应用领域和应用市场。

发明内容

[0007] 本发明的目的是针对已有技术存在的问题,提供一种新的防火型聚醋酸乙烯酯均聚或共聚乳液。

[0008] 本发明的另一目的是提供一种制备上述防火乳液的方法。

[0009] 本发明提供的防火型醋酸乙烯酯均聚或醋酸乙烯酯共聚乳液,其特征在于该乳液是由醋酸乙烯酯均聚物或醋酸乙烯酯共聚物与水、保护胶体、乳化剂、磷-氮防火剂和填料组成。防火型聚醋酸乙烯酯类乳液中醋酸乙烯酯 10~60 份、共聚单体 0~40 份、水 30~80 份、乳化剂 0.6~7 份、保护胶体 0~7 份、磷-氮化合物 10~50 份、无机填料 0.2~10 份。

[0010] 该乳液中所用的共聚单体为丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸正辛酯、异戊二烯、马来酸二丁酯、甲基丙烯酸月桂酯、戊烯、甲基乙烯基醚等软单体中的一种或几种;所用的保护胶体为聚乙烯醇(聚合度 500~2400,醇解度为 88%或 88%以上)、聚丙烯酰胺、羟甲基纤维素、乙基纤维素等中的一种或一种以上的混合物;所用的磷-氮化合物为聚合度 30~6000 的聚磷酸铵;所用的无机填料为膨润土、硅藻土、双羟基氧化物、蒙脱土、不溶或难溶型氢氧化物或氧化物等中的任一种或一种以上的混合物。所用的乳化剂为离子型或离子型与非离子型乳化剂的混合体系。其中,混合乳化剂体系中离子型与非离子型质量比为 1:10~10:1。阴离子型乳化剂为选自正烷基硫酸钠盐、正烷基磺酸钠盐、甘油单硬脂酸酯和烷基芳基磺酸盐的任一种或一种以上;阳离子型乳化剂为选自脂肪胺盐、季铵盐、咪唑啉、吗啉胍类、三嗪类衍生物等中的任一种或一种以上。非离子型乳化剂为选自辛基酚聚氧乙烯醇、壬基酚聚氧乙醚、吐温 60、吐温 80、吐温 20、司班 80 及司班 65 等中的任一种或一种以上。

[0011] 本发明提供的制备上述防火型聚醋酸乙烯酯类乳液的方法,其特征在于该方法的工艺步骤和条件如下:

[0012] 1) 将 0.6~7 份乳化剂、0~7 份保护胶体、0.2~1 份无机填料加入到 20~60 份水中,在室温~75℃下搅拌溶解 10~60 分钟;

[0013] 2) 将 0.2~3 份引发剂溶在 10~20 份水中,并将 10~60 份醋酸乙烯酯和 0~40 份共聚单体混合均匀。在 50~75℃下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 1.0~3.5 小时滴完;

[0014] 3) 单体和引发剂滴加完后反应 0.5~1.5 小时,将反应体系温度升至 80~95℃,保温 1.0~3.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 5~11,出料;

[0015] 4) 向所获的反应体系中加入 10~50 份的聚磷酸铵并根据需要补加 0~9 份的无机填料。将体系混合均匀即得到防火型聚醋酸乙烯酯类乳液。

[0016] 该方法中所选用的共聚单体最好为选自丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸正辛酯、异戊二烯、马来酸二丁酯、甲基丙烯酸月桂酯、戊烯、甲基乙烯基醚等软单体中的一种或几种;所用的保护胶体最好为聚合度 500~2400,醇解度为 88%或 88%以上的聚乙烯醇或聚丙烯酰胺、羟甲基纤维素、乙基纤维素等中的一种或一种以上的混合物;所用的磷-氮化合物为聚合度 30~6000 的聚磷酸铵;所用的无机填料为膨润土、硅藻土、双羟基氧化物、蒙脱土、不溶或难溶型氢氧化物或氧化物中的任一种或一种以上的混合物。所用的乳化剂为离子型或离子型与非离子型乳化剂的混合体系。其中,混合乳化剂体系中离子型与非离子型质量比为 1:10~10:1。阴离子型乳化剂为选自正烷基硫酸钠盐、正烷基磺酸钠

盐、甘油单硬酯酸酯和烷基芳基磺酸盐的任一种或一种以上；阳离子型乳化剂为选自脂肪胺盐、季铵盐、咪唑啉、吗啉胍类、三嗪类衍生物等中的任一种或一种以上。非离子型乳化剂为选自辛基酚聚氧乙烯醇、壬基酚聚氧乙醚、吐温 60、吐温 80、吐温 20、司班 80 及司班 65 等中的任一种或一种以上。

[0017] 另外值得说明的是步骤 4) 所得到的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液可直接用于室内外饰面防火涂料、织布防火整理剂、防火粘合剂等方面。

[0018] 本发明与已有技术相比,具有以下优点:

[0019] 1、由于本发明制备的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液中不含卤素组分,因而制备该防火型聚醋酸乙烯酯类乳液以及该防火型聚醋酸乙烯酯类乳液在使用过程中均无含卤气体释放,特别是在燃烧过程中避免了有害气体释放对环境造成的污染和对人体造成的伤害。

[0020] 2、由于本发明制备的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液中添加的防火剂价格比聚合物基料低很多,而且防火剂的粒径与乳胶粒子粒径相当,并且防火剂防火效果好,添加量小,大幅度降低乳液成本的同时避免了防火剂的引入对乳液稳定性的影响。

[0021] 3、由于本发明在聚醋酸乙烯酯类乳液聚合过程中引入了无机粒子,该无机粒子可部分进入乳胶粒子中,在单体聚合过程中被聚合物包覆,可在一定程度上改善醋酸乙烯酯均聚物或醋酸乙烯酯共聚物与主体防火剂间的界面相容性,因而可降低因添加防火剂给材料力学性能带来的负面影响,保证了材料应用所需的力学性能。不仅如此,在乳液聚合过程中引入层状结构的双羟基氧化物或蒙脱土后,预乳化过程中部分单体进入层状无机粒子层间,在聚合过程中直接达到插层组装结构,这样使得乳液成膜后的材料为以无机填料为交联点的空间网络结构。双羟基氧化物或蒙脱土层板的羟基还能够在聚醋酸乙烯酯均聚物或共聚物分子间形成很强的氢键,为材料的力学性能作出贡献。

[0022] 4、由于本发明制备的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液复配有能产生防火协效作用的无机填料成分,因而不仅能使防火剂的添加量较小,而且还可以在提高乳液防火性能的基础上并不影响乳液固有的各种性能。

[0023] 5、本发明提供的防火型聚醋酸乙烯酯类乳液在燃烧过程中,由于其中的主体防火剂能在填料的催化作用下有效促进醋酸乙烯酯均聚物或醋酸乙烯酯共聚物交联成炭,而致密的炭层可以起到很好隔热、隔氧的效果,从而可阻碍或延缓内部材料的燃烧,使材料呈现良好的防火性。

[0024] 6、本发明提供的制备防火型聚醋酸乙烯酯类乳液的方法简单,工艺成熟,易于控制。

具体实施方式

[0025] 下面通过实施例对本发明进行具体描述,有必要在此指出的是以下实施例只用于对本发明作进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,该领域的技术熟练人员根据上述本发明内容对本发明做出一些非本质的改进和调整,仍属于本发明保护范围。

[0026] 实施例 1

[0027] 将 0.3 份十二烷基硫酸钠、0.3 份辛基酚聚氧乙醚(OP-10)、0.2 份双羟基氧化物加到 60 份水中在室温条件下搅拌 10 分钟。将 0.2 份的过硫酸钾溶在 20 份水中,并将 10 份醋酸乙烯酯和 10 份丙烯酸丁酯混合均匀。在 68℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单

体和引发剂在 1.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 68℃ 反应 0.5 小时,将反应体系温度升至 80℃,保温反应 1.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 10,出料。向所获得的反应体系中加入 10 份聚合度为 30 的聚磷酸铵,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0028] 实施例 2

[0029] 将 1 份十二烷基磺酸钠、2 份吐温 -60、0.5 份氢氧化镁以及 6 份羟甲基纤维素(先溶好)加到 20 份水中在室温条件下搅拌 20 分钟。将 2.5 份的过硫酸铵溶在 15 份水中,并将 20 份醋酸乙烯酯和 40 份丙烯酸乙酯混合均匀。在 50℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 2.5 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 50℃ 反应 1.0 小时,将反应体系温度升至 90℃,保温反应 1.5 小时,降温至室温,调节 pH 值为 11,出料。向所获得的反应体系中加入 20 份聚合度为 100 的聚磷酸铵和 1 份的氢氧化镁,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0030] 实施例 3

[0031] 将 1 份十八烷基三甲基溴化铵、3 份吐温 -20、0.3 份蒙脱土以及 5 份聚乙烯醇 -0588(先溶好)加到 30 份水中在 50℃ 条件下搅拌 30 分钟。将 2 份的过硫酸铵溶在 10 份水中,并将 30 份醋酸乙烯酯和 25 份甲基丙烯酸正辛酯混合均匀。在 50℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 2.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 50℃ 反应 1.5 小时,将反应体系温度升至 85℃,保温反应 1.5 小时,降温至室温,调节 pH 值为 5,出料。向所获得的反应体系中加入 50 份的聚合度为 200 的聚磷酸铵和 2 份的蒙脱土,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0032] 实施例 4

[0033] 将 0.2 份十六烷基苯磺酸钠、1.8 份吐温 -80、0.4 份氧化锌以及 2 份聚乙烯醇 -2499(先溶好)加到 40 份水中在 40℃ 条件下搅拌 40 分钟。将 1 份的过硫酸钾与亚硫酸氢钠组成的氧化还原引发体系溶在 20 份水中。在 40℃ 下,边搅拌边滴入 40 份醋酸乙烯酯和引发剂。单体和引发剂在 2.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 40℃ 反应 1.0 小时,将反应体系温度升至 90℃,保温反应 2.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 7,出料。向所获得的反应体系中加入 20 份的聚合度为 50 的聚磷酸铵和 3 份的蒙脱土,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯均聚乳液。

[0034] 实施例 5

[0035] 将 6 份硬脂酸钠、1 份司班 -60、1.0 份二氧化钛以及 4 份聚乙烯醇 -1799(先溶好)加到 25 份水中在 72℃ 条件下搅拌 50 分钟。将 2.5 份的过硫酸钾溶在 15 份水中,并将 50 份醋酸乙烯酯和 10 份甲基乙烯基醚混合均匀。在 72℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 3.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 72℃ 反应 1.0 小时,将反应体系温度升至 95℃,保温反应 1.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 9,出料。向所获得的反应体系中加入 40 份的聚合度为 500 的聚磷酸铵和 9 份的二氧化钛,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0036] 实施例 6

[0037] 将 5.4 份咪唑啉、0.6 份壬基酚聚氧乙醚(TX-30)、1.0 份膨润土以及 7 份羟乙基纤维素(先溶好)加到 25 份水中在 70℃ 条件下搅拌 20 分钟。将 2 份的高锰酸钾和 1 草

酸溶在 15 份水中。在 70℃ 下,边搅拌边滴入 60 份醋酸乙烯酯单体和引发剂。单体和引发剂在 3.5 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 70℃ 反应 1.5 小时,将反应体系温度升至 90℃,保温反应 3.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 10,出料。向所获得的反应体系中加入 20 份的聚合度为 2000 的聚磷酸铵和 8 份的二氧化钛,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯均聚乳液。

[0038] 实施例 7

[0039] 将 0.5 份司班 -60、5.5 份司班 -20、0.8 份硅藻土以及 4 份聚乙烯醇 -0588(先溶好)加到 37 份水中在 60℃ 条件下搅拌 60 分钟。将 1.5 份的过氧化氢和亚硫酸钠组成的混合体系溶在 18 份水中,并将 20 份醋酸乙烯酯和 20 份马来酸二丁酯混合均匀。在 60℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 2.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 72℃ 反应 0.5 小时,将反应体系温度升至 85℃,保温反应 1.5 小时,降温至室温,调节 pH 值为 6,出料。向所获得的反应体系中加入 50 份的聚合度为 3000 的聚磷酸铵和 7 份的二氧化钛,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0040] 实施例 8

[0041] 将 2 份十六烷基三甲基溴化铵、0.4 份硅藻土、0.4 份蒙脱土以及 4 份聚丙烯酰胺(先溶好)加到 38 份水中在 70℃ 条件下搅拌 40 分钟。将 2.0 份的过硫酸铵溶在 12 份水中,并将 20 份醋酸乙烯酯和 30 份甲基丙烯酸月桂酯混合均匀。在 70℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 2.5 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 70℃ 反应 1.0 小时,将反应体系温度升至 90℃,保温反应 1.0 小时,降温至室温,调节 pH 值为 7,出料。向所获得的反应体系中加入 10 份的聚合度为 6000 的聚磷酸铵、2.5 份硅藻土和 2.5 份蒙脱土,将体系混合均匀,得到防火型聚醋酸乙烯酯共聚乳液。

[0042] 对比例

[0043] 将 1 份十八烷基三甲基溴化铵、3 份吐温 -20 以及 5 份聚乙烯醇 -0588(先溶好)加到 30 份水中在 50℃ 条件下搅拌 30 分钟。将 2 份的过硫酸铵溶在 10 份水中,并将 30 份醋酸乙烯酯和 25 份甲基丙烯酸正辛酯混合均匀。在 50℃ 下,边搅拌边滴入混合单体和引发剂。单体和引发剂在 2.0 小时滴完。单体和引发剂滴加完后恒温 50℃ 反应 1.5 小时,将反应体系温度升至 85℃,保温反应 1.5 小时,降温至室温,调节 pH 值为 11,出料。