



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105780453 A

(43)申请公布日 2016.07.20

(21)申请号 201610176164.9

(22)申请日 2016.03.26

(71)申请人 嘉兴学院

地址 314000 浙江省嘉兴市南湖区越秀南路56号

(72)发明人 马辉 张焕侠 曹建达 吴雯
皮婷婷

(74)专利代理机构 杭州君度专利代理事务所
(特殊普通合伙) 33240

代理人 朱琴琴

(51)Int.Cl.

D06M 11/79(2006.01)

D06M 13/355(2006.01)

D06M 101/06(2006.01)

D06M 101/32(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂、其制备方法及其应用

(57)摘要

本发明公开了一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,以重量份数计,所述阻燃整理剂中各组分的含量如下:1重量份的蒙脱土、0.1~10重量份的DNA、0.1~10重量份的偶联剂。上述阻燃整理剂的制备方法包括:蒙脱土经过双氧水处理、离心分离及碳酸钠溶液处理得到剥分的蒙脱土样品;剥分后的蒙脱土分散在乙醇水溶液中,再加入偶联剂,得到改性后的蒙脱土;改性后的蒙脱土与DNA混合制得复合水溶胶。上述制备得到的复合水溶胶作为阻燃整理剂应用于涤棉织物的后整理中,复合水溶胶中的蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,使整理后的涤棉织物具有一定的阻燃功能。该阻燃整理剂可以降低阻燃体系的阻燃剂添加量,在保证阻燃效果的同时保证材料的力学性能。

1. 一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,其特征在于:所述阻燃整理剂主要包括以下组分:蒙脱土、DNA、偶联剂;以重量份数计,所述阻燃整理剂中各组分的含量如下:1重量份的蒙脱土、0.1~10重量份的DNA、0.1~10重量份的偶联剂。

2. 如权利要求1所述的一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,其特征在于:所述蒙脱土是商品化的蒙脱土经剥分、改性后得到纳米蒙脱土;所述改性后的纳米蒙脱土的平均晶片厚度小于25nm。

3. 如权利要求1所述的一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,其特征在于:所述偶联剂为硅烷偶联剂或钛酸酯偶联剂中的至少一种。

4. 如权利要求3所述的一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,其特征在于:所述的硅烷偶联剂为KH550、KH560,所述的钛酸酯偶联剂为HY311。

5. 一种如权利要求1至4中任意一项所述的基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂的制备方法,其特征在于,所述制备方法主要包括以下步骤:

1) 将1重量份的蒙脱土加至10~100重量份的30%的双氧水中,于-10~30℃下反应24~100 h,3000~9000 r/min条件下离心5~60分钟,分离出的沉淀物重新分散在5~30%的碳酸钠溶液中,搅拌2~20h,5~50KHz下超声处理0.5~10小时,在3000~9000 r/min条件下离心,得到剥分的蒙脱土样品;

2) 将1)中得到的1重量份的剥分的蒙脱土分散在5~150重量份的75%乙醇水溶液中,搅拌均匀,加热至30~80℃,再加入0.1~10重量份的偶联剂,搅拌反应1~6小时,得到改性蒙脱土样品;

3) 将2)中得到的1重量份的改性蒙脱土与0.1~10重量份的DNA混合,0~60℃下搅拌0.5~6h,制得蒙脱土与DNA复合水溶胶,即为基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂。

6. 一种如权利要求5所述的基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂的应用,其特征在于:所述的阻燃整理剂主要应用于涤棉织物的后整理工序中。

7. 如权利要求6所述的基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂的应用,其特征在于,所述阻燃整理剂的应用主要包括以下步骤:以重量份数计,将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在30~150份蒙脱土与DNA复合水溶胶中,20~50℃下烘干,促使复合水溶胶中的蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,得到具有一定阻燃功能的涤棉织物。

一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂、其制备方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及功能纺织品领域,更具体地说涉及一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂、其制备方法及其应用。

背景技术

[0002] 涤棉混纺织物因其涤棉组分理化性质互补,不仅具有强度高、耐磨性好、色牢度高、耐酸耐热性好等优点,而且还具有优良的吸湿性、透气性和手感柔软舒适等服用性能,广泛使用于服装行业和装饰领域。但涤棉织物由于燃烧时的“灯芯效应”可燃性高,一旦着火,难以熄灭,容易引发火灾,在日常生活中留下了不小的安全隐患,因而应用受到了限制。依据棉纤维与涤纶的燃烧及阻燃机理,一般是通过对织物进行阻燃后处理而达到阻燃目的。

[0003] 国外涤棉混纺织物阻燃剂可归结为以下两大类:含磷氮类阻燃剂系列、在含磷氮阻燃剂中加入卤素(溴)的阻燃剂系列和含锑及含溴化合物阻燃剂系列。磷氮系阻燃剂常用的有N-羟甲基化合物(如DMDHEU),四羟甲基氯化磷(THPC),三羟甲基三聚氰酰胺(TMM),三甲基磷酸酯(TMP),THPN(四羟甲基磷盐THPS与氨的预缩物)等。由THPN、尿素和TMM整理50/50涤棉混纺织物,施加量达20~30%时,可获得很高的阻燃性,但此时织物的手感稍硬,较难适应各方面的使用要求。卤系阻燃剂这是目前使用较多的涤棉混纺织物阻燃剂,包括溴系和氯系,常用的为溴锑复合阻燃剂。常用的溴化物有十溴联苯醚、六溴环十二烷等,锑化物主要为三氧化二锑、五氧化二锑。含溴化物的衍生物与三氧化二锑协同作用,采用浸轧焙烘工艺整理得到LOI \geq 27%,损毁长度 $<$ 150cm,续燃时间 \leq 5s,阴燃时间 \leq 5s的织物,具有较好的阻燃效果。但这些阻燃剂的缺点是燃烧时发烟量大,产生有毒、有害、有强烈腐蚀性的卤化物。

[0004] 长期以来,已开发的涤棉织物阻燃整理工艺技术和其阻燃剂性能难以满足某些用途的要求。存在的问题主要是整理后的织物手感或机械强度不尽如人意,其次是生产生态学方面还需改善。本发明申请是基于环境保护和可持续发展的要求,无卤阻燃体系具有非常广阔的发展前景,天然存在的层状黏土-蒙脱土属于无机纳米阻燃剂,在地壳中分布极广,具有优良的力学性能、气体阻隔及阻燃效应,完全可作为新一代纺织品用阻燃剂。

发明内容

[0005] 针对现有技术的不足,本发明提出了一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,其制备方法及其在涤棉织物后整理中的应用,该阻燃整理剂可以降低阻燃体系的阻燃剂添加量,在保证阻燃效果的同时保证材料的力学性能。

[0006] 本发明解决技术问题所采用的技术方案是:一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂,所述阻燃整理剂主要包括以下组分:蒙脱土、DNA、偶联剂;以重量份数计,所述阻燃整理剂中各组分的含量如下:1重量份的蒙脱土、0.1~10重量份的DNA、0.1~10重量份的偶联

剂。

[0007] 进一步地,所述蒙脱土是商品化的蒙脱土经剥分、改性后得到纳米蒙脱土;所述改性后的纳米蒙脱土的平均晶片厚度小于25nm。改性后的纳米蒙脱土片层厚度变得更小,整理后可以更平整地包覆在织物表面,提高了蒙脱土片晶在织物表面的分布均匀性,更有利于蒙脱土包覆膜与纤维间结合力的提升,在火焰接触涤棉织物时,对其具有一定的阻燃隔热效果。

[0008] 进一步地,所述偶联剂为硅烷偶联剂或钛酸酯偶联剂中的至少一种。偶联剂的作用是改善无机物与有机物之间的界面作用,从而大大提高复合材料的性能,如物理性能、电性能、热性能、光性能等。

[0009] 优选地,所述的硅烷偶联剂为KH550、KH560,所述的钛酸酯偶联剂为HY311。

[0010] DNA,又称脱氧核糖核酸,是一种分子,双链结构,由脱氧核糖核苷酸(成分为:脱氧核糖、磷酸及四种含氮碱基)组成。DNA是双螺旋结构,是称为B型的水结合型DNA,DNA中含有大量的氨基、羧基等极性基团,在改性蒙脱土与织物的结合过程中形成大量的氢键。DNA分子中大量的磷、氮元素在受到热量攻击时起到协同阻燃的作用,在磷-氮复合体系中,磷作为酸源,高温受热情况下可以分解出促进隔热炭层在聚合物表面形成;氮则作为气源,在热分解过程中释放不可燃气体,可使上述炭层膨胀发泡,并最终形成膨胀炭层。膨胀炭层可有效隔绝物质交换和热交换,从而达到良好的阻燃效果。

[0011] 一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂的制备方法,所述制备方法主要包括以下步骤:

1)将1重量份的蒙脱土加至10~100重量份的30%的双氧水中,于-10~30℃下反应24~100 h,3000~9000 r/min条件下离心5~60分钟,分离出的沉淀物重新分散在5~30%的碳酸钠溶液中,搅拌2~20h,5~50KHz下超声处理0.5~10小时,在3000~9000 r/min条件下离心,得到剥分的蒙脱土样品;

2)将1)中得到的1重量份的剥分的蒙脱土分散在5~150重量份的75%乙醇水溶液中,搅拌均匀,加热至30~80℃,再加入0.1~10重量份的偶联剂,搅拌反应1~6小时,得到改性蒙脱土样品;

3)将2)中得到的1重量份的改性蒙脱土与0.1~10重量份的DNA混合,0~60℃下搅拌0.5~6h,制得蒙脱土与DNA复合水溶胶,即为基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂。

[0012] 一种基于蒙脱土/DNA水溶胶的阻燃整理剂的应用,所述的阻燃整理剂主要应用于涤棉织物的后整理工序中。所述阻燃整理剂的应用主要包括以下步骤:以重量份数计,将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在30~150份蒙脱土与DNA复合水溶胶中,20~50℃下烘干,促使复合水溶胶中的蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,得到具有一定阻燃功能的涤棉织物。

[0013] 本发明的有益效果是:与现有技术相比,本发明选用剥分、改性后的蒙脱土与DNA制得的一种绿色、环保的复合溶胶,同时添加偶联剂提高蒙脱土与DNA的复合;整理到涤棉织物上时,可通过较小用量达到较好的阻燃效果,符合绿色整理剂发展的需要,同时,对材料的机械性能影响较小,提高阻燃效果同时也可保持织物较好的强度。

具体实施方式

[0014] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。以下实施例中各物料的用量均以重量份数计。

[0015] 实施例1

将1份的蒙脱土分散于30份30%的双氧水中,4℃下静置72 h,5000 r/min条件下离心20 min,分离出的沉淀物重新分散在10%的碳酸钠溶液中,搅拌20 h,20KHz下超声6 h,在6000 r/min条件下离心,得到剥分的蒙脱土样品;将1份剥分的蒙脱土分散在50份的75%乙醇水溶液中,搅拌均匀,加热至70℃,再加入0.1份的KH560硅烷偶联剂,搅拌反应3 h,得到改性蒙脱土样品;将1份改性蒙脱土与2份的DNA混合,60℃下搅拌2 h,制得蒙脱土与DNA的复合水溶胶。将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在50份复合水溶胶中,30℃下烘干,促使蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,得到复合水溶胶处理的涤棉织物。

[0016] 实施例2

将1份的蒙脱土分散于40份30%的双氧水中,4℃下静置72 h,5000 r/min条件下离心20 min,分离出的沉淀物重新分散在10%的碳酸钠溶液中,搅拌20 h,20KHz下超声6 h,在6000 r/min条件下离心,得到剥分的蒙脱土样品;将1份剥分的蒙脱土分散在50份的75%乙醇水溶液中,搅拌均匀,加热至70℃,再加入0.2份的HY311偶联剂,搅拌反应3 h,得到改性蒙脱土样品;将1份改性蒙脱土与2份的DNA混合,60℃下搅拌2 h,制得蒙脱土与DNA的复合水溶胶。将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在100份复合水溶胶中,40℃下烘干,促使蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,得到复合水溶胶处理的涤棉织物。

[0017] 实施例3

与实施例1的区别在于,将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在100份复合水溶胶中,其余步骤均与实施例1相同。

[0018] 实施例4

将1份的蒙脱土分散于50份30%的双氧水中,4℃下静置72 h,5000 r/min条件下离心20 min,分离出的沉淀物重新分散在5%的碳酸钠溶液中,搅拌20 h,20KHz下超声6 h,在6000 r/min条件下离心,得到剥分的蒙脱土样品;将1份剥分的蒙脱土分散在100份的75%乙醇水溶液中,搅拌均匀,加热至80℃,再加入0.2份的KH560硅烷偶联剂,搅拌反应3 h,得到改性蒙脱土样品;将1份改性蒙脱土与2份的DNA混合,60℃下搅拌2 h,制得蒙脱土与DNA的复合水溶胶。将丙酮清洗过的1份涤棉布在一定张力条件下浸没在100份复合水溶胶中,40℃下烘干,促使蒙脱土片晶在涤棉纤维表面组装,得到复合水溶胶处理的涤棉织物。

[0019] 以实施例4所得的涤棉织物为例进行材料性能表征,如下:

制备与后整理工艺条件均与实施例4相同的情况下,试验一是考察不同蒙脱土含量的复合整理剂整理前后涤棉织物燃烧后的碳化面积,试验二是考察不同蒙脱土含量的复合整理剂整理前后涤棉织物的断裂拉伸强力,具体对比测试数据见表1、表2。

[0020] 表1涤棉织物经过不同含量蒙脱土和DNA组装后燃烧的碳化面积

编号	蒙脱土含量(g)	DNA含量(g)	炭化面积(cm ²)	备注
AF	/	/	58.44	基本烧毁
IDF	0.1	0.2	21.59	烧穿面积减小
SDF	0.5	0.2	14.21	烧穿面积较小
9DF	0.9	0.2	6.57	烧穿面积更小

从表1的数据可以看出,涤棉原布的炭化面积为58.44 cm²,布样损毁较多;0.1g蒙脱土与0.2gDNA组装的织物炭化面积为21.59 cm²,与原布相比具有较好的阻燃效果;当蒙脱土含量逐渐增加到0.5g、0.9g时,炭化面积分别减小为14.21 cm² 以及6.57 cm²,说明经过整理的织物抵抗火焰燃烧的能力是在逐步增强的,即在一定范围内复合整理剂中蒙脱土的含量越高阻燃效果越好。

[0021] 表2处理后与处理前涤棉织物的断裂拉伸强力

编号	蒙脱土含量(g)	DNA含量(g)	平均拉伸强力(N)	强力变化率(%)
A	/	/	478.2±5.0	/
C	0.1	0.2	479.4±5.2	0.24%
D	0.5	0.2	501.9±4.9	4.94%
E	0.9	0.2	527.3±4.1	10.25%

从表2可以看出,0.1g蒙脱土与0.2gDNA组装的涤棉织物相比于未处理的涤棉织物,强力并没有明显的变化;蒙脱土含量逐渐增加至0.5g、0.9g时,涤棉织物的平均强力稍微有所提升。可见,本发明探索的整理剂的组成及工艺对织物使用时的强力不会造成太大影响。

[0022] 以上实施方式仅用于说明本发明,而并非对本发明的限制,有关技术领域的普通技术人员,在不脱离本发明的精神和范围的情况下,还可以做出各种变化和变型,因此所有等同的技术方案也属于本发明的范畴,本发明的专利保护范围应由权利要求限定。