



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104831543 A

(43) 申请公布日 2015. 08. 12

(21) 申请号 201510248041. 7

(22) 申请日 2015. 05. 15

(71) 申请人 辽东学院

地址 118003 辽宁省丹东市元宝区文化路
325 号

(72) 发明人 路艳华 张迎春 程德红 郝旭
李金华

(74) 专利代理机构 丹东汇申专利事务所 21227
代理人 徐枫燕

(51) Int. Cl.

D06M 23/12(2006. 01)

D06M 11/72(2006. 01)

D06M 11/79(2006. 01)

B01J 13/02(2006. 01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明申请提供的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂及其制备方法,其制备方法是由 SiO₂、缩水甘油醚对 APP 实施双重包覆的处理工艺方法,最终获得产物不仅能够克服 APP 耐水性、耐湿热迁移性问题,同时使其具有高阻燃性能、阻燃耐久性,且成炭性优良,抑制发烟量,尤其是适于实施纺织物阻燃功能整理。

1. 一种纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂, 该阻燃剂通过以下方法制备获得, 其中所提及各物料用量, 均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准单位来计量的, 其制备方法是:

①、1000g 聚磷酸铵 APP 投入分散溶剂中, 于溶剂中充分分散, 得到 APP 分散液, 其中聚磷酸铵 APP 与分散溶剂按 1:10 ~ 50 质量份比混合;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入 0.1 ~ 1.0L 正硅酸酯, 在搅拌下加入浓度为 0.1 ~ 0.9 g/L 酸性催化剂 10 ~ 50ml, 于 50 ~ 80°C 水浴状态中搅拌 1 ~ 2 小时;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.01 ~ 0.08g/L 碱性催化剂 100 ~ 500ml, 于 60°C 水浴温度中凝胶反应, 用 500ml 乙醇交换凝胶中的水, 再将交换后老化的湿凝胶置于 40 ~ 80°C 温度下实施表面改性, 干燥研细, 合成得到将 APP 包覆于二氧化硅第一包覆层的 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的中间体 100g 加入到含 1 ~ 20% 缩水甘油醚中, 搅拌至均匀分散, 其后升温至 50 ~ 90°C, 再保温反应 1 ~ 2 小时, 经常规的抽滤、洗涤、干燥, 获得包覆于缩水甘油醚第二包覆层的 APP/SiO₂ 环保型无卤微胶囊阻燃剂;

所述的分散溶剂是无水乙醇、无水丁醇中的任意其一;

所述正硅酸酯是正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、正硅酸丁酯中的任意其一;

所述酸性催化剂是草酸、柠檬酸、丙酸中的任意其一;

所述碱性催化剂是氢氧化钠、氨水、氢氧化钾中的任意其一;

所述缩水甘油醚是: 乙二醇缩水甘油醚、丙二醇缩水甘油醚、丁二醇缩水甘油醚、己二醇缩水甘油醚中的任意其一。

2. 一种权利要求 1 纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂的制备方法。

3. 根据权利要求 2 所述的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂制备方法, 其特征在于聚磷酸铵 APP 与分散溶剂按质量份比 1:10 混合。

4. 根据权利要求 2 所述的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂制备方法, 其特征在于向第①步 APP 分散液中滴加入 1.0L 正硅酸酯。

5. 根据权利要求 2 所述的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂制备方法, 其特征在于向第②步中间液中加入浓度为 0.01 ~ 0.08g/L 碱性催化剂 100ml。

纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明专利申请涉及的是更适合于纺织品阻燃功能处理应用的阻燃剂及其制备方法,涉及的是一种无卤阻燃剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 应用于纺织品的阻燃剂面临着越来越严格的包括防火安全标准和环保标准的双重技术指标要求,相关环境保护法规也推出了限制某些卤系阻燃剂应用的相关法律规定。

[0003] 聚磷酸铵(以下简称 APP),是无卤阻燃剂中的一种,其含磷量高、含氮量大,且具有热稳定性好的特点,是一种环保型阻燃产品。但 APP 只能作为添加型无机阻燃剂,本身与纤维之间缺少化学交联。其另一方面的缺陷是吸湿性强,在高温、高湿条件下,经其阻燃整理的面料会发生溶解和迁移,产生白霜化现象,导致阻燃效果明显下降,还会极大的影响面料的服用性能。因 APP 的以上特性,对其改性,并研发新型的阻燃剂,是科研工作者们努力的热点课题之一。

[0004] 中国专利 CN201310742828 提出了一种降低 APP 吸湿性的制备方法,采用密胺树脂包覆 APP 的技术手段。另一中国专利 CN101235221 为解决 APP 高水溶性问题,提出了氨基硅烷偶联剂改性聚磷酸铵的制备方法。中国专利 CN201210418958 还公开了一种密胺-甲醛树脂微胶囊包裹 APP 方案,得到的包裹微胶囊虽具有表面膜致密、颗粒大小平均、流散性好的优点,但因含有甲醛,难以达到环保性指标要求。

[0005] 以上技术方案提出的阻燃剂还普遍存在成炭性不足的技术问题,因此还需要与成炭剂复配,来改善阻燃效果。

[0006] 为提高阻燃效果,现有技术还提出了将 APP 在含硅磷腈 APESP 溶液体系中改性,得到 APESP 包裹的 APP 阻燃剂,如中国专利 CN 201210065188。该阻燃剂用于聚烯烃阻燃,氧指数、垂直燃烧级别、热释放速率均有显著提高,但成本较高,且目前尚无织物方面应用的记载。

[0007] 专利 CN201410035883 推出了一种含磷、氮、硫三种阻燃元素、具有双环磷酸酯结构的聚磷酸胺阻燃剂,它初始热分解温度高、热稳定性好、高温下成炭率高,可单独或通过复配用于聚酰胺、聚酯等材料的阻燃,但存在发烟量大的问题。

[0008] 詹永宝等采用正硅酸四乙酯凝胶包裹甲基膦酸二甲酯,制备了二氧化硅包裹的含硅磷微胶囊阻燃剂,在棉织物的燃烧过程中基本不发生变化,阻燃效果良好,但仍未实质解决成炭性差和阻燃耐久性问题。

发明内容

[0009] 本发明专利申请的发明目的在于通过对 APP 的包覆改性,最终获得产物不仅能够克服 APP 耐水性、耐湿热迁移性问题,同时使其具有高阻燃性能、阻燃耐久性能,且成炭性优良,抑制发烟量,尤其是适于实施纺织物阻燃功能整理,提供一种纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂及其制备方法。本发明专利申请提供的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂技术方

案,其主要技术内容是:一种纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂,该阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准单位来计量的,其制备方法是:

①、1000g 聚磷酸铵 APP 投入分散溶剂中,于溶剂中充分分散,得到 APP 分散液,其中聚磷酸铵 APP 与分散溶剂按 1:10 ~ 50 质量份比混合;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入 0.1 ~ 1.0L 正硅酸酯,在搅拌下加入浓度为 0.1 ~ 0.9 g/L 酸性催化剂 10 ~ 50ml,于 50 ~ 80℃ 水浴状态中搅拌 1 ~ 2 小时;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.01 ~ 0.08g/L 碱性催化剂 100 ~ 500ml,于 60℃ 水浴温度中凝胶反应,用 500ml 乙醇交换凝胶中的水,再将交换后老化的湿凝胶置于 40 ~ 80℃ 温度下实施表面改性,干燥研细,合成得到将 APP 包覆于二氧化硅第一包覆层的 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的中间体 100g 加入到含 1 ~ 20% 缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散,其后升温至 50 ~ 90℃,再保温反应 1 ~ 2 小时,经常规的抽滤、洗涤、干燥,获得包覆于缩水甘油醚第二包覆层的 APP/SiO₂ 环保型无卤微胶囊阻燃剂;

所述的分散溶剂是无水乙醇、无水丁醇中的任意其一;

所述正硅酸酯是正硅酸甲酯、正硅酸乙酯、正硅酸丁酯中的任意其一;

所述酸性催化剂是草酸、柠檬酸、丙酸中的任意其一;

所述碱性催化剂是氢氧化钠、氨水、氢氧化钾中的任意其一;

所述缩水甘油醚是:乙二醇缩水甘油醚、丙二醇缩水甘油醚、丁二醇缩水甘油醚、己二醇缩水甘油醚中的任意其一。

[0010] 本发明专利申请还提供了一种所述的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂的制备方法。

[0011] 本发明专利申请公开的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂及其制备方法的技术方案,由 SiO₂、缩水甘油醚对 APP 实施双重包覆,内层 SiO₂ 表面带有硅羟基,其强大的吸附能力能够有效的降低燃烧热释放效率和质量损失率,应用于纺织物阻燃整理,聚集分布纤维表面,形成热阻隔层,阻止火焰与纤维的接触,体现其阻燃作用;通过缩水甘油醚在包覆 SiO₂ 的 APP 表面交联,形成了紧密的网状结构,从而锁住微胶囊的微孔,提高了阻燃性能的耐水洗,保持持久,还有有效的弥补了一次包覆不完全的技术问题,彻底克服了 APP 湿热迁移、耐水性差的技术问题;另外,双重包覆的阻燃剂构成,能够充分发挥 N、P、Si 三元素的协同阻燃作用,其阻燃效果得到优化,燃烧受热时,本阻燃剂促使纤维强脱水炭化,与包覆层形成交联微孔阻挡层,保护富磷炭层不会氧化降解,成为致密、稳定的膨胀炭层,其残渣率高,抗溶滴能力强,延长了可燃气体和氧气的扩散通道,降低质、热在被阻燃材料界面的传递,降低材料的热释放速率,发烟量低,其阻燃效果优良;本技术方案的另一技术优点是分散性优良,所获得的双重包覆微胶囊型阻燃剂,胶囊粒子的平均粒径由包覆前的 1.87 μm 缩减至 1.0 ~ 1.1 μm,分散性的提高,使其在纺织物整理工艺中能够全面渗透分布在纤维内部,更有利于阻燃性能的充分发挥,织物整理方法得到使整理后的纺织物成为阻燃性能优良的功能性纺织品。

具体实施方式

[0012] 下面将以下各具体实施例进一步清楚的说明本发明技术内容,但本申请的保护不受以下实施例所限。

[0013] 实施例 1

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准单位计量:

①、将 1000g APP 与无水乙醇按 1:10 质量比混合,由高剪切搅拌装置实施至充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.2L 正硅酸甲酯,在磁力搅拌下,加入浓度为 0.5 g/L 草酸 20ml,于 80℃水浴状态下搅拌 2 小时,得到中间液;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.05g/L 氨水 200ml,于 60℃水浴凝胶反应后,加无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶在 60℃温度下进行表面改性,干燥研细,合成得到将 APP 包覆于二氧化硅第一包覆层的 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g,加入到含 5% 乙二醇缩水甘油醚中,搅拌至充分分散,升温至 60℃保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到乙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0014] 实施例 2

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、1000g APP 投入无水丙醇中,两者的质量比为 1:20,由高剪切搅拌装置至充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.2L 正硅酸乙酯,在磁力搅拌中加入浓度为 0.8 g/L 柠檬酸 20ml,在 80℃水浴中,搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.05g/L 氢氧化钠 200ml,在 60℃水浴中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化的湿凝胶在 60℃下实施表面改性,干燥研细,合成得到将 APP 包覆于二氧化硅第一包覆层的 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 10% 乙二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散后,升温至 60℃保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由乙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0015] 实施例 3

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、1000g APP 投入无水乙醇中,两者的质量比为 1:50,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.2L 正硅酸丁酯,在磁力搅拌下再加入浓度为 0.5 g/L 丙酸 20ml,在 80℃水浴中,搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.05g/L 氢氧化钾 200ml,在 60℃水浴中凝胶反应后,加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶在 60℃下进行表面改性,干燥研细,合成得到将 APP 包覆于二氧化硅第一包覆层的 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g,加入到含 20% 乙二醇缩水甘油醚中,搅拌至均

匀分散后，升温至 60℃，保温反应 2 小时，经抽滤、以蒸馏水洗涤样品，在 100℃干燥 2 小时，得到由乙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0016] 实施例 4

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得，其中所提及各物料用量，均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位：

①、将 1000g APP 投入无水乙醇中，两者的质量比为 1:10，由高剪切搅拌装置充分分散，得到 APP 分散液；

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.5L 正硅酸甲酯，在磁力搅拌下，加入浓度为 0.5 g/L 草酸 30ml，在 80℃水浴中搅拌 2 小时；

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氨水 300ml，在 60℃水浴中凝胶反应后，加入无水乙醇，交换凝胶中水 3 次，再交换凝胶中乙醇 3 次，将老化后的湿凝胶置于 60℃温度下实施表面改性，干燥研细，合成了 SAPP 中间体；

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 5% 丙二醇缩水甘油醚中，搅拌至均匀分散后，升温至 60℃、保温反应 2 小时，经抽滤、以蒸馏水洗涤，在 100℃干燥 2 小时，得到由丙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0017] 实施例 5

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得，其中所提及各物料用量，均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位：

①、将 1000g APP 投入无水丙醇，两者的质量比为 1:20，由高剪切搅拌装置充分分散，得到 APP 分散液；

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.5L 正硅酸乙酯，磁力搅拌下加入浓度为 0.8 g/L 柠檬酸 30ml，在 80℃水浴中搅拌 2 小时；

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氢氧化钠 300ml，在 60℃水浴中凝胶反应后，加入无水乙醇，交换凝胶中水 3 次，再交换凝胶中乙醇 3 次，将老化后的湿凝胶于 60℃温度下实施表面改性，干燥研细，合成得到 SAPP 中间体；

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 10% 丙二醇缩水甘油醚中，搅拌至均匀分散后，升温至 60℃保温反应 2 小时，经抽滤、以蒸馏水洗涤，在 100℃干燥 2 小时，得到由丙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0018] 实施例 6

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得，其中所提及各物料用量，均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位：

①、将 1000g APP 投入无水乙醇，两者的质量比为 1:50，由高剪切搅拌装置充分分散，得到 APP 分散液；

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.5L 正硅酸丁酯，在磁力搅拌下加入浓度为 0.5 g/L 丙酸 30ml，在 80℃水浴中搅拌 2 小时；

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.05g/L 氢氧化钾 300ml，在 60℃水浴中凝胶反应，反应后加入无水乙醇，交换凝胶中水 3 次，再交换凝胶中乙醇 3 次，将老化后的湿凝胶于 60℃温度下实施表面改性，干燥研细，合成得到 SAPP 中间体；

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 20% 丙二醇缩水甘油醚中，搅拌至均匀

分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由丙二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0019] 实施例 7

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水乙醇中,两者的质量比为 1:10,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.8L 正硅酸甲酯,在磁力搅拌中加入浓度为 0.5 g/L 草酸 40ml,在 80℃水浴中搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氨水 400ml,在 60℃水浴温度中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次;将老化后的湿凝胶置于 60℃温度下实施表面改性,干燥研细,合成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 5% 丁二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤样品,在 100℃干燥 2 小时,得到由丁二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0020] 实施例 8

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水丙醇中,两者的质量比为 1:20,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.8L 正硅酸乙酯,磁力搅拌,加入浓度为 0.8 g/L 柠檬酸 40ml,在 80℃水浴中搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液加入 0.05g/L 氢氧化钠 400ml,在 60℃水浴中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶置于 60℃温度下,实施表面改性,干燥研细,成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 10% 丁二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由丁二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0021] 实施例 9

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水乙醇,两者的质量比为 1:50,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 0.8L 正硅酸丁酯,在磁力搅拌,加入浓度为 0.5 g/L 丙酸 40ml,在 80℃水浴中搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入浓度为 0.05g/L 氢氧化钾 400ml,在 60℃水浴中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶置于 60℃温度下,实施表面改性,干燥研细,合成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 20% 丁二醇缩水甘油醚中,搅拌至均

匀分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由丁二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0022] 实施例 10

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水乙醇中,两者的质量比为 1:10,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 1.0L 正硅酸甲酯,磁力搅拌,加入浓度为 0.5 g/L 草酸 50ml,在 80℃水浴中搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氨水 500ml,在 60℃水浴中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶置于 60℃温度下实施表面改性,干燥研细,合成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 5% 己二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由己二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0023] 实施例 11

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水丙醇中,两者的质量比为 1:20,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 1.0L 正硅酸乙酯,磁力搅拌,加入浓度为 0.8 g/L 柠檬酸 50ml,在 80℃水浴中搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氢氧化钠 500ml,于 60℃水浴中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶置于 60℃下实施表面改性,干燥研细,合成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 10% 己二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由己二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂微胶型无卤环保阻燃剂。

[0024] 实施例 12

本纺织品应用无卤环保阻燃剂通过以下方法制备获得,其中所提及各物料用量,均是以 1000g 聚磷酸铵 APP 为基准计量单位:

①、将 1000g APP 投入无水乙醇,两者的质量比为 1:10,由高剪切搅拌装置充分分散,得到 APP 分散液;

②、向第①步 APP 分散液中滴加入体积为 1.0L 正硅酸丁酯,磁力搅拌,加入浓度为 0.5 g/L 丙酸 50ml,在 80℃水浴中,搅拌 2 小时;

③、向第②步中间液中加入 0.05g/L 氢氧化钾 500ml,于 60℃水浴温度中凝胶反应,反应后加入无水乙醇,交换凝胶中水 3 次,再交换凝胶中乙醇 3 次,将老化后的湿凝胶置于 60℃下进行表面改性,干燥研细,合成合成得到 SAPP 中间体;

④、取第③步得到的 SAPP 中间体 100g 加入到含 20% 己二醇缩水甘油醚中,搅拌至均匀

分散后,升温至 60℃、保温反应 2 小时,经抽滤、以蒸馏水洗涤,在 100℃干燥 2 小时,得到由己二醇缩水甘油醚包覆的 APP/SiO₂环保型无卤微胶囊阻燃剂。

[0025] 本发明专利申请公开的纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂,简称 DCAPP,是缩水甘油醚双重包覆 APP/SiO₂的微胶囊型阻燃剂,其粒径分布、溶解度及残渣率如表 1 所示。

[0026] 从表 1 可看出,经过微胶囊化后,纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂 DCAPP 平均粒径小于 APP 平均粒径。分别在 25℃和 80℃温度下,DCAPP 水中的溶解度明显低于 APP,与水的接触角明显减小,说明 DCAPP 耐水得到大幅度提高;当温度高于 750℃时,本纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂 DCAPP 形成了稳定的膨胀炭层,残渣率远高于 APP。

[0027] 表 1 DCAPP 的粒径、溶解度及残渣率

阻燃剂	平均粒径 μm	溶解度 (g/100ml 水)		残渣率%	
		25℃	80℃	350℃	750℃
APP	1.87	0.5	4.0	20.5	10.3
实施例 1	1.08	0.3	0.8	38.1	23.4
实施例 2	1.02	0.3	0.9	38.3	23.7
实施例 3	1.05	0.3	0.7	38.5	23.8
实施例 4	1.06	0.3	0.7	38.4	23.7
实施例 5	1.04	0.2	0.8	38.6	23.9
实施例 6	1.03	0.3	0.7	38.8	23.8
实施例 7	1.06	0.2	0.7	39.1	24.0
实施例 8	1.07	0.2	0.6	39.0	24.2
实施例 9	1.05	0.2	0.6	39.3	24.4
实施例 10	1.00	0.2	0.5	39.7	24.3
实施例 11	1.01	0.2	0.5	39.9	24.5
实施例 12	1.04	0.2	0.5	39.7	24.7

各实施例纺织品应用无卤环保阻燃剂,应用于涤棉织物的阻燃整理,采用浸涂相结合的工艺方法,其方法是:将纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂均匀分散于聚氨酯涂层胶中,其中纺织品用环保无卤微胶囊阻燃剂占总质量的 20~30%。将所述的阻燃剂涂层胶至少两次涂覆于棉或涤纶织物表面,第一次涂覆后,于 160℃焙烘 1 分钟,再于第二次涂覆后,165℃焙烘 1.5 分钟,得到阻燃织物,两次涂覆涂层的累计干上胶量为 25~30g/m²。测定得到的阻燃性能,如表 2 所示。从表 2 可看出,阻燃功能整理的涤/棉(65/35)织物,阻燃性能符合国标 GB-T 17591-2006。

[0028] 表 2

阻燃剂	损毁长度 (mm) GB-T 17521-2006		阴燃时间 (s)		续燃时间 (s)	
	经向	纬向	经向 \leq	纬向	经向	纬向
	≤ 150	≤ 150	5	≤ 5	≤ 5	≤ 5
实施例 1	73	74	0	0	0	0
实施例 2	72	73	0	0	0	0
实施例 3	74	71	0	0	0	0
实施例 4	71	70	0	0	0	0
实施例 5	70	70	0	0	0	0
实施例 6	73	71	0	0	0	0
实施例 7	70	70	0	0	0	0
实施例 8	69	70	0	0	0	0
实施例 9	68	70	0	0	0	0
实施例 10	70	71	0	0	0	0
实施例 11	71	70	0	0	0	0
实施例 12	68	67	0	0	0	0