http://pmse.scu.edu.cn

超声振荡复合改性提高氢氧化镁表面分散性与阻燃效果

宋肆业，徐金辉，沈文瑾，郦 成
（常州大学 怀德学院 机械与材料工程系，江苏 泰州 214500）

摘要：文中制备出复合改性氢氧化镁阻燃剂，并用于脱脂棉的阻燃处理，以弥补棉的易燃缺陷，为棉制品的阻燃性能处理过程提供了新的阻燃剂选择。以硅烷偶联剂KH550和油酸钠作为复合改性剂，对$Mg(OH)_2$进行复合表面湿法改性，其复合改性条件为KH550与油酸钠的质量比2:1、改性剂总质量0.3 g、$Mg(OH)_2$质量10.0 g、改性时间30 min、改性温度50 ℃。研究了改性氢氧化镁的表面疏水性能。结果表明，在超声波振荡分散作用下，氢氧化镁可快速进行复合改性，改性30 min后的氢氧化镁活化指数可达到98.32%，接触角为150.5º，表面由亲水型转变为疏水型，分散性能明显提高。采用复合改性后的氢氧化镁对脱脂棉进行阻燃处理具有良好的阻燃性能，极限氧指数（LOI）值可达27.8%，达到阻燃级别。

关键词：硅烷偶联剂；油酸钠；复合改性；氢氧化镁；棉；阻燃
中图分类号：TQ314.24+8 **文献标识码：**A **文章编号：**1000-7555（2024）10-0073-07

纺织制品在我国广泛应用于服装、家居、卫生医疗、电子信息、建筑等多种领域，2021年，我国纺织品工业增加了4.4%。但大量纺织品的发展应用所带来的安全隐患也日渐明显，纺织厂火灾事故频发直接危害城市人民的生命安全，并造成巨大的经济损失[1]。纺织制品主要成份是纤维素，其包括人造纤维（如涤纶纤维、聚酯纤维、粘胶纤维等）和天然纤维（如棉纤维、麻纤维、羊毛纤维）。棉是自然界应用性最好的植物纤维之一，其纺织制品柔软，透气，在家居服装方面备受欢迎,是产量和使用量最大的纤维材料之一。但棉的极限氧指数（LOI）值为18%，燃烧温度低（360~425 ℃），属于易燃材料[2]，遇明火即可点燃，起火后迅速蔓延，同时火灾发展过程中还会产生大量有害气体或发生爆炸，给社会的稳定造成不利影响。为了提高棉材料的阻燃性能，在材料中添加混合阻燃剂是一种有效方法。无机阻燃剂因安全性高、阻燃性好、不易产生有毒气体等优点受到人们的青睐[3]。其中氢氧化镁阻燃剂是通过在材料遇火燃烧时吸收大量热量来实现阻燃，且过程中性能稳定，无有害物质产生，抑烟效果明显，被称为“绿色环保型阻燃剂”。但氢氧化镁具有较强的亲水性，与高分子棉纤维材料的相容性较差，直接共混会影响材料的阻燃性能，故需要对氢氧化镁进行改性。目前大部分研究是采用物理或化学方法，通过表面改性将氢氧化镁由亲水型转变为疏水型来达到其阻燃目的。但单一的改性剂效果有限，比如常见的改性剂硅烷偶联剂KH550，本身有阻燃N元素，且KH550中的Si—OH可以与氢氧化镁键合，在氢氧化镁表面形成非极性基团，使改性后的氢氧化镁分散性不佳[4]。油酸钠作为一种阴离子表面活性剂，在水中解离的$C_{17}H_{33}COO^-$以稳定的化学键吸附在氢氧化镁表面，可有效改善氢氧化镁的分散效果，从而弥补KH550的不足[5]。

本文先将氢氧化镁用超声波进行振荡分散，然后以油酸钠与KH550为复合改性剂对氢氧化镁表面进行湿法改性，并将改性氢氧化镁加入棉纤维中制

doi: 10.16865/j.cnki.1000-7555.2024.0195
收稿日期：2023-12-10
通讯联系人：宋肆业，主要从事阻燃高分子化学材料研究，E-mail: 90001203@cczu.edu.cn

备阻燃棉材料。结果表明，超声作用后的氢氧化镁更容易进行表面改性，超声30 min后氢氧化镁表面就成功结合了疏水性官能团，氢氧化镁表面接触角可达150.5º，改性氢氧化镁棉材料具有良好的阻燃性能。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

脱脂棉：医用甲级，曹县华鲁卫生材料有限公司；油酸钠、氢氧化镁：化学纯，国药集团化学试剂有限公司；硅烷偶联剂KH550：工业级，鼎海塑胶化工有限公司；无水乙醇：分析纯，上海苏懿化学试剂有限公司；实验用水：去离子水。

KQ-500V超声波清洗机：功率500 W，昆山市超声仪器有限公司；YP-12红外压片机：上海戈翔有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 氢氧化镁表面活化：将氢氧化镁放入80 ℃烘箱中干燥10 h，冷却备用。称取0.3 g硅烷偶联剂KH550与油酸钠混合物（质量比为2:1），加入一定量的无水乙醇搅拌30 min备用。称取10.0 g $Mg(OH)_2$粉体于三口烧瓶中，分批加入乙醇水溶液（质量分数90%）配制成浆料，在50 ℃超声波振荡机中振荡10 min，再逐滴加入硅烷偶联剂KH550与油酸钠乙醇混合液，30 min后完成反应，冷却至室温，抽滤，用无水乙醇洗涤2次，在烘箱中80 ℃干燥，冷却后磨成粉状，过100目筛网，得到改性氢氧化镁粉。

1.2.2 阻燃棉材料的制备：称取1.0 g $Mg(OH)_2$样品粉末，使其分散在无水乙醇（10 mL）中，放入棉样品（130 mm×5 mm），以确保覆盖均匀，1 h后取出自然晾干，得到氢氧化镁阻燃棉材料。

1.3 测试与表征

1.3.1 红外光谱分析：采用Nicolet Avatar370型傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR，美国Thermo公司）对改性前后的氢氧化镁粉体进行红外光谱分析。测试范围为400~4000 cm^{-1}。

1.3.2 水接触角测定：将氢氧化镁样品压制成饼状，使用SCI3000接触角测试仪（北京环球恒达科技有限公司）测定改性前后氢氧化镁的水接触角。

1.3.3 活化指数测定：准确称取1.0 g $Mg(OH)_2$样品于100 mL烧杯中，加入30 mL去离子水，均匀搅拌后静置24 h，将沉降在烧杯底部的样品过滤，在80 ℃干燥24 h，冷却至室温，称量装样。样品原有的质量（m_0）减去沉降于烧杯底部的样品的质量（m_1）即为漂浮部分的质量，计算见式(1)[6]

$$H = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \tag{1}$$

式中：H——活化指数。

1.3.4 热稳定性分析：采用TGA/DSC3+热分析仪（瑞士梅特勒-托利多公司）测定样品的热稳定性能。升温速率为20 ℃/min，温度范围为30~700 ℃，保护气体为氮气，样品10 mg左右。

1.3.5 氢氧化镁表面形态表征：采用JSM-636LA扫描电子显微镜（日本电子公司）对改性前后氢氧化镁微观形貌进行分析。试样进行喷金处理，实验加速电压为15 kV。

1.3.6 棉材料氧指数测定：取尺寸为130 mm×10 mm×5 mm的棉材料，采用ZY6155A型数显氧指数测定仪（东莞中诺质检仪器设备有限公司）测定燃烧所需最低氧气浓度[6]。每组测5个样条求平均值。

1.3.7 棉材料垂直燃烧测试：取尺寸为130 mm×10 mm×5 mm的棉材料，采用ZY6017型垂直燃烧测定仪（广东省东莞市中诺质仪器设备有限公司）进行测试，每组测5个样条求平均值。

2 结果与讨论

2.1 氢氧化镁的红外光谱分析

Fig.1为未改性氢氧化镁和改性氢氧化镁的红外光谱图，在3680 cm^{-1}附近出现的吸收峰是氢氧化镁游离的—OH特征吸收峰，这个吸收峰在改性氢氧化镁样品谱图中同样存在，说明复合改性未引起氢氧化镁本身结构的变化。曲线（b）和（d）中出现的1046 cm^{-1}和1037 cm^{-1}吸收峰是硅烷偶联剂KH550水解后的Si—O—Si伸缩振动峰和Si—O—Mg振动峰[7]，2920 cm^{-1}和2850 cm^{-1}附近出现的吸收峰是油酸钠中—CH_2—的对称与不对称伸缩振动吸收峰[8]。此外，1046 cm^{-1}附近出现的峰是KH550自身水解缩合形成的Si—O—Si伸缩振动峰，说明在物理改性的同时存在硅烷偶联剂的自聚合反应。

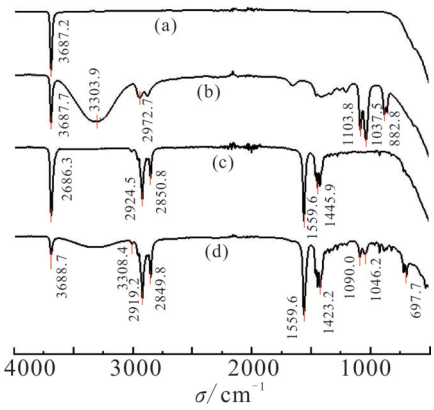


Fig. 1 FT- IR spectra of MH: (a) unmodified MH; (b) KH550 modified MH; (c) sodium oleate modified MH; (d) composite modified MH

2.2 氢氧化镁的接触角分析

Fig.2 为氢氧化镁样品遇水形态照片，Fig.3 为改性后氢氧化镁样品水接触角的测试结果。未改性氢氧化镁含有大量O—H，表面极性强，亲水性强，极易被水浸湿，水接触角几乎为0°。改性后氢氧化镁表面包裹了有机疏水层，样品亲水性变弱，水接触角明显增大。$Mg(OH)_2$表层带正电荷，因此阴离子油酸钠表面活性剂有利于$Mg(OH)_2$表面改性[9]。在油酸钠改性$Mg(OH)_2$过程中，油酸钠首先在水中解离出$C_{17}H_{33}COO^-$阴离子，接着$C_{17}H_{33}COO^-$以稳定的化学键吸附包裹在$Mg(OH)_2$表面，同时具有疏水性的烷烃长链裸露在外，因此，油酸钠可以使$Mg(OH)_2$由亲水型向疏水型转化，油酸钠改性$Mg(OH)_2$的水接触角为132°。硅烷偶联剂KH550表面含有环氧基团，用其活化$Mg(OH)_2$后，$Mg(OH)_2$具有一定的亲环氧性，可以改善$Mg(OH)_2$与高分子材料之间的相容性[10]。但KH550改性作用不如油酸钠，改性后接触角仍小于90°，$Mg(OH)_2$表面仍为亲水性。油酸钠和KH550复合增强了表面活性剂的协同作用，得到的氢氧化镁接触角有很大的提高，水接触角达到150.5°，120 min后接触角仍达131°，因此硅烷偶联剂和油酸钠共同作用对氢氧化镁改性作用最佳。

Tab. 1 Activation index of MH

Modifier	Activation index/%
Composite modifier	98.32
Sodium oleate	65.75
Silane coupling agent	42.2
Unmodified MH	0

2.3 活化指数分析

未改性氢氧化镁表面的O—H导致其有很强的极性，亲水性强，因此会沉在水底无漂浮，改性氢氧化镁表面转为非极性且疏水性提高，与极性水分子相互排斥，导致改性氢氧化镁上浮在水表面，氢氧化镁改性程度决定了其在水表面上浮的量（活化程度）[11]。改性氢氧化镁的活性指数数据如Tab.1所示。可以看出，复合表面活性剂改性的氢氧化镁活性指数高于单一活性剂改性的活化指数，说明复合

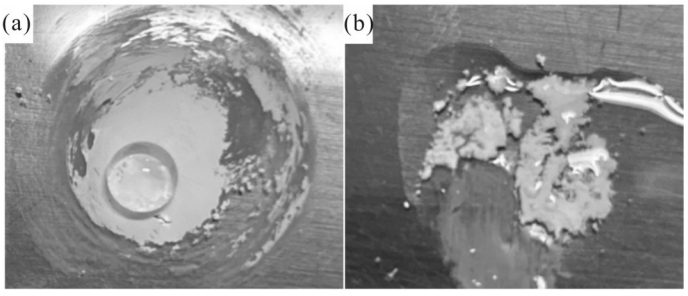


Fig. 2 Picture of modified MH: (a) composite modified MH; (b) unmodified MH

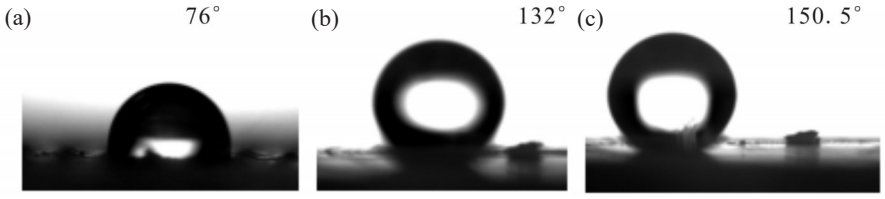


Fig. 3 Water contact angle of MH: (a) KH550 modified MH; (b) sodium oleate modified MH; (c) composite modified MH

改性使氢氧化镁的疏水性最强，油酸钠和KH550对氢氧化镁的改性具有协同作用。

2.4 热稳定性能分析

Fig.4为未改性、油酸钠改性、硅烷偶联剂改性和复合改性氢氧化镁的热重测试结果。升温至300 ℃时，产品有极少量热失重，这是样品中热粘性水和结晶水的失去，未改性氢氧化镁初始分解温度（质量损失5%）为387 ℃，最大热失重温度为443 ℃，改性后氢氧化镁的初始分解温度（质量损失5%）后移，约为394 ℃，改性氢氧化镁的最大热失重温度分别为450 ℃，464 ℃和478 ℃，说明改性使氢氧化镁有效抑制了体系的热降解，随着温度的提高，曲线向右移动，可以说明改性剂的加入提高了氢氧化镁的耐热性，增强了氢氧化镁的热稳定性能。油酸钠改性氢氧化镁加热过程中对应的化学变化是氢氧化镁分解$Mg(OH)_2 \rightarrow MgO + H_2O$，与油酸钠水解2个过程，油酸钠水解后的油酸根$C_{17}H_{33}COO^-$阴离子取代了$Mg(OH)_2$表面的—OH，从而降低了其亲水性。

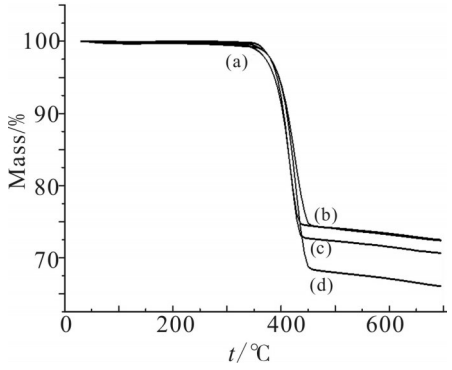


Fig. 4 TG curves analyze of MH: (a) unmodified MH; (b) sodium oleate modified MH; (c) KH550 modified MH; (d) composite modified MH

对棉材料的热稳定性能进行分析研究，TG曲线见Fig.5，主要热降解参数见Tab.2。2种材料热失重主要发生在200~500 ℃范围内，2条曲线只有1个拐点，说明样品都是一步分解，未引入新的可以发生热降解的杂质。纯棉材料的初始降解温度（$T_{5\%}$）为317 ℃左右，且分解停止时几乎无剩余。添加复合改性氢氧化镁阻燃剂的棉材料的主要分解温度比纯脱脂棉低，$T_{5\%}$降低20 ℃，此时未达到氢氧化镁的分解温度，为氢氧化镁阻燃剂表面包裹的有机物的分解，因此TG曲线上出现一段平缓区。在330 ℃左右曲线开始再次下降，此时阻燃剂氢氧化镁开始分解，并生成高耐热性氧化镁覆盖在棉材表面，对材料的热降解过程产生阻隔效果，从而提升了材料的耐热性能，为材料的安全使用提供了更大的保障，并能扩大耐燃材料的应用范围。阻燃材料在200 ℃以前不会发生分解，可以满足聚合物加工时200 ℃的工艺要求条件。

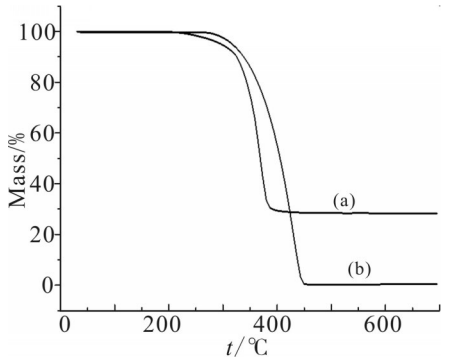


Fig. 5 TG curves of cotton materials: (a) retardant cotton; (b) pure cotton

Tab. 2 Thermal degradation parameters of cotton in air

Samples	$T_{5\%}$/℃	T_{max}/℃	Residue/%
Pure cotton	317	486	0.35
Retardant cotton	296	414	28.25

2.5 氢氧化镁的形貌分析

根据氢氧化镁改性前后的SEM照片可以看出，未改性氢氧化镁表面比较规则整齐，片层薄，有清晰的边角，因为氢氧化镁表面含亲水基团—OH，很容易吸收空气中的水蒸气而发生团聚现象，采用超声振荡法对氢氧化镁进行复合改性后，氢氧化镁表面因改性剂的包裹而变得粗糙，圆滑，且颗粒变小，有机改性剂覆盖使氢氧化镁的生长方向与生长角度发生了改变，有部分片层变厚。

2.6 棉材料的阻燃性能

氧指数反映了材料的阻燃性能，将未添加阻燃剂的脱脂棉与添加阻燃剂的脱脂棉进行极限氧指数（LOI）测试，结果见Tab.3。

固定氢氧化镁10.0 g、改性时间30 min、改性温度50 ℃、改性剂总用量0.3 g条件下，研究改性剂不同配比对氢氧化镁阻燃性的影响。脱脂棉本身不具有阻燃性，极易燃烧，LOI约为19.2%，添加阻燃剂氢氧化镁后棉材料的LOI提高，因为氢氧化镁具有阻燃性能，$Mg(OH)_2$受热分解生成氧化镁（MgO），过程中吸收大量的热，从而降低材料表面燃烧的温度；受

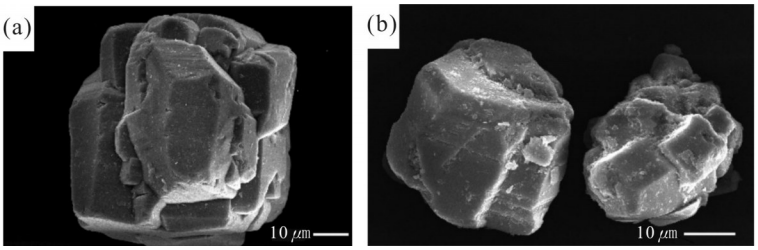


Fig. 6 SEM images of MH: (a) unmodified MH; (b) composite modified MH

Tab. 3 LOI values of cotton samples

Modifier samples	Mass ratio	*m*(Retardant)/g	*m*(Cotton)/g	LOI/%
m(KH550): *m*(sodium oleate)	2:1	0.5	2.0	27.8
	1:1	0.5	2.0	26.0
	1:2	0.5	2.0	25.8
Sodium oleate		0.5	2.0	22.6
KH550		0.5	2.0	21.4
Unmodified MH		0.5	2.0	20.7
Pure cotton		0	2.0	19.2

热分解会释放出大量水分,还可以稀释棉材料表面的氧气,使得材料燃烧速度减慢;棉材料表面吸收了水蒸气,同时氢氧化镁高温分解生成 MgO 覆盖在材料表面形成炭化层,起到隔绝空气与隔热的作用,从而阻止高分子材料燃烧[12]。但未改性的氢氧化镁表面极性强,使其在高分子棉材料中分布不均,材料局部阻燃性能不佳,从而影响材料整体的阻燃性能。含有疏水有机链的改性剂包覆在氢氧化镁表面,可使氢氧化镁阻燃剂在棉材料中的分布更加均匀,结合更加紧实,从而提升氢氧化镁的阻燃性能。分别用油酸钠、KH550 与 KH550/油酸钠对氢氧化镁进行表面改性,氧指数实验结果显示,当硅烷偶联剂与油酸钠作为复合改性剂时,可使氢氧化镁负载棉材料 LOI 值明显提高。当 KH550 与油酸钠的质量比为2:1时,材料 LOI 值最高。

垂直燃烧仪燃烧产物的形貌也可以说明2种棉材料的阻燃性能。相比纯棉材料,改性氢氧化镁脱脂棉燃烧损毁长度明显减小,燃烧结束后,棉织物表面均匀覆盖着致密的颗粒状物质,这可能是氢氧化镁在高温下分解生成的氧化镁,使棉织物纤维较好地保存了原有的形貌结构。火焰移开后,纯脱脂棉的明火持续燃烧,火焰熄灭后,阴燃时间为5 s,燃烧后基本无残留,而氢氧化镁负载棉织物在火焰移开后无明火燃烧,阴燃时间仅为2 s,燃烧后留下部分未燃烧区,测试结束后,燃烧部分成炭,残炭基本保持了原有形貌。

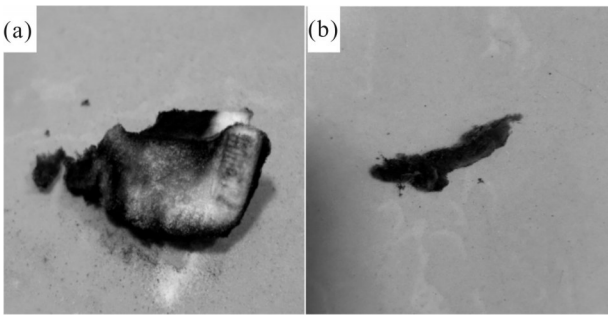


Fig. 7 Morphology photographs of combustion products: (a) retardant cotton; (b) pure cotton

2.7 氢氧化镁阻燃性能提升机理

油酸钠在改性氢氧化镁过程中,会覆盖在氢氧化镁表面,油酸钠有机长链中的亲水基团(—COO^-)与氢氧化镁的亲水基团(—OH)相结合,而油酸钠的疏水长链向大分子纤维界面区域内进行扩散,并与大分子长链发生作用,从而改变氢氧化镁的表面极性,提高了氢氧化镁与高分子材料之间的相容性,使两者之间的结合更加紧密,阻燃剂分布更加均匀,有利于氢氧化镁达到更好的阻燃效果[13~15]。硅烷偶联

剂中的N元素本身具有阻燃作用，因此添加在改性剂中可使氢氧化镁具有更好的阻燃效果，硅烷偶联剂水解后形成硅醇键（Si—OH），在加热过程中硅醇键与氢氧化镁表面的O—H发生脱水、缩合作用，在改性氢氧化镁表面形成硅烷有机亲油基，从而改善氢氧化镁的疏水性能[16]。

3 结论

本文采用油酸钠与硅烷偶联剂KH550复合改性剂对氢氧化镁进行表面改性，改性后的氢氧化镁具有良好的疏水性，其热稳定性及阻燃性均得到明显提高。改性实验条件为氢氧化镁10 g、油酸钠与硅烷偶联剂KH550总质量占氢氧化镁质量的3%、改性时间10 min、改性温度60 ℃，在此条件下，改性氢氧化镁接触角150.5º，活性指数98.32%。将复合改性氢氧化镁混入脱脂棉中，结果显示，棉材料具有优异的阻燃性能，材料氧指数可达27.8%，阻燃棉材料表面有良好的隔热保护层，燃烧后产物残炭形貌保存完整，说明2种表面活性剂可以起到协同作用，成功制备出具有阻燃性能的阻燃棉材料。

本文提出的对氢氧化镁的改性方法具有过程时间短、方法简单、高效，且实验过程中产生的污染少等优点，适用于工业绿色环保阻燃剂方向的生产推广，具有良好的发展前景。

参考文献：

[1] 杨晓涵, 宋艳, 林肯, 等. 木质素基成炭剂的制备及在膨胀阻燃聚丙烯的应用[J]. 高分子材料科学与工程, 2022, 38(12): 39-46.
Yang X H, Song Y, Lin K, *et al*. Preparation of lignin-based char-forming agent and its application in intumescent flame[J]. Polymer Materials Science & Engineering, 2022, 38(12): 39-46.

[2] Shojaei B, Abtahi M, Najafi M. Chemical recycling of PET: a stepping-stone toward sustainability[J]. Polymers for Advanced Technologies, 2020, 31: 2912-2938.

[3] 曹东风, 刘江波, 冀运东, 等. 硅磷双改性环氧树脂的合成及阻燃性能[J]. 高分子材料科学与工程, 2023, 39(10): 40-50.
Cao D F, Liu J B, Ji Y D, *et al*. Synthesis and flame retardancy of silicon and phosphorus modified epoxy resin[J]. Polymer Materials Science & Engineering, 2023, 39(10): 40-50.

[4] 刘犇, 欧红香, 徐家成, 等. 改性氢氧化镁阻燃聚乙烯制备及其性能研究[J]. 工业安全与环保, 2020, 46(11): 1-4.
Liu B, Ou H X, Xu J C, *et al*. Preparation and properties of modified magnesium hydroxide flame retardant polyethylene[J]. Industrial Safety and Environmental Protection, 2020, 46(11): 1-4.

[5] Yang H, Yu B, Xu X, *et al*. Lignin-derived bio-based flame retardants toward high-performance sustainable polymeric materials[J]. Green Chemistry, 2022, 22: 2129-2161.

[6] Niu H X, Nabipour H, Wang X, *et al*. Phosphorus-free vanillin-derived intrinsically flame-retardant epoxy thermoset with extremely low heat release rate and smoke emission[J]. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, 2021, 9: 5268-5277.

[7] Zhang S, Jiang Y C, Sun Y Y, *et al*. Preparation of flame retardant and conductive epoxy resin composites by incorporating functionalized multi-walled carbon nanotubes and graphite sheets [J]. Polymers for Advanced Technologies, 2021, 32: 2093-2101.

[8] 张根浩. 阻燃剂对聚乙烯复合材料性能的影响[J]. 云南化工, 2023, 50(3): 58-61.
Zhang G H. Effect of flame retardants on polyethyene composites [J]. Yunnan Chemical Technology, 2023, 50(3): 58-61.

[9] Balakrishnan H, Hassan A, Isitman N A, *et al*. On the use of magnesium hydroxide towards halogen-free flame-retarded polyamide-6/polypropylene blends[J]. Polymer Degradation & Stability, 2012, 97: 23-27.

[10] Duan H J, Cao J F, Chen Y S, *et al*. A phosphorus/boron-containing triazine-trione derivative endowing epoxy resin with excellent flame retardance[J]. Express Polymer Letters, 2020, 14: 908-923.

[11] Huang H, Dong D, Li W, *et al*. Synergistic effect of MXene on the flame retardancy and thermal degradation of intumescent flame retardant biodegradable poly(lactic acid) composites[J]. Chinese Journal of chemical Engineering, 2020, 28: 1981-1993.

[12] Solihat N N, Hidayat A F, Taib M N, *et al*. Recent developments in flame-retardant lignin-based biocomposite: manufacturing, and characterization[J]. Journal of Polymers and the Environment, 2022, 30: 4517-4537.

[13] 王林锋, 谢继凯, 郭家杏, 等. 氢氧化镁/氢氧化铝复配阻燃剂对可陶瓷硅橡胶阻燃抗震性能的影响[J]. 中国塑料, 2023, 37(10): 125-130.

Wang L F, Xie J K, Guo J X, *et al*. Effect og magnesium hydroxide/aluminum hydroxide compounding flame retardant on flame retardant and seismic performance of ceramicizable silicone rubber[J]. China Plastics, 2023, 37(10): 125-130.

[14] 曹笑宁, 马亚丽, 岳岩, 等. 改性氢氧化镁的制备及在HDPE中的应用[J]. 塑料工业, 2022, 50(1): 38-43.
Cao X N, Ma Y L, Yue Y, *et al*. Preparation of modified magnesium hydroxide and its application in HDPE[J]. China Plastics Industry, 2022, 50(1): 38-43.

[15] Feng C, Liang M, Zhang Y, *et al*. Synergistic effect of lanthanum oxide on the flame retardant properties and mechanism of an intumescent flame retardant PLA composites[J]. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2016, 122: 241-248.

[16] Xu Y, Qiu Y, Yan C, *et al*. A novel and multifunctional flame retardant nucleating agent towards superior fire safety and crystallization properties for biodegradable poly(lactic acid) [J]. Advanced Powder Technology, 2021, 32: 4210-4221.

Preparation of High Hydrophobicity and Flame Retardancy Composite Modified Magnesium Hydroxide by Ultrasound Oscillation

Yiye Song, Jinhui Xu, Wenjin Shen, Cheng Li

（*Mechanical & Chemical Engineering Department, Changzhou University Huaide College, Taizhou 214500, China*）

ABSTRACT: Composite modified magnesium hydroxide flame (MH) retardant was successfully designed and prepared in this paper to solve the cotton fabric flammability problem. In order to improve the hydrophobicity and flame retardancy of magnesium hydroxide $Mg(OH)_2$, silane coupling agent KH550 and sodium oleate were used as composite modifier under wet condition, and the modified effects were evaluated by water contact angle (WCA) and activation index. The modification conditions are obtained as follows: *m*(KH550): *m*(sodium oleate) = 2:1, total modifier mass is 0.3 g, *m*($Mg(OH)_2$)= 10.0 g, reaction temperature is 50 ℃, time is 30 min. The results show that $Mg(OH)_2$ could be modified with silane coupling agent KH550 and sodium oleate quickly, the activation index of $Mg(OH)_2$ reaches 98.32%, while the WCA could reach 150.5º. After modification, the surface of $Mg(OH)_2$ changes from hydrophilic to hydrophobic, and the flame retardancy is significantly improved compared with unmodified $Mg(OH)_2$, the limiting oxygen index (LOI) of composite modified $Mg(OH)_2$ cotton fabric material is 27.8%, which could achieve inflaming retarding level.

Keywords: silane coupling agent; sodium oleate; composite modification; magnesium hydroxide; cotton; flame retardancy