



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109097992 A

(43)申请公布日 2018.12.28

(21)申请号 201810817004.7

C08H 1/00(2006.01)

(22)申请日 2018.07.24

D06M 101/10(2006.01)

(71)申请人 黄勇

地址 213000 江苏省常州市钟楼区五星街  
道汤家村委宣庄村75号

(72)发明人 黄勇 韩桂林

(74)专利代理机构 北京风雅颂专利代理有限公司 11403

代理人 朱亲林

(51)Int.Cl.

D06M 15/15(2006.01)

D06M 11/56(2006.01)

D06M 13/123(2006.01)

D06L 4/13(2017.01)

D06L 4/12(2017.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备  
方法

(57)摘要

本发明涉及一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法，属于衣物整理材料技术领域。本发明技术方案采用羊毛角蛋白与主要改性物质，通过双氰胺改性处理，双氰胺接枝改性角蛋白羟甲基化产物中的羟甲基与角蛋白中的氨基发生反应，有效降低羊毛角蛋白材料的分子大小，使其有效渗透至纤维材料孔隙内部，通过填充至蚕丝纤维之间的结构孔隙中，有效改善材料的抗皱性能；且本发明采用改性羊毛角蛋白和丝素蛋白复合形成交联的三维网状结构对材料进行改性，由于整理剂分子结构中含有的羧基和氯原子跟丝绸蛋白上的氨基或羟基反应，使丝绸蛋白大分子之间产生化学交联，因此抗皱性能提高，从而进一步改善蚕丝纤维衣物材料的抗皱性能。

A

CN 109097992

1. 一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 取废弃羊毛并洗净、烘干,收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量45~50份质量分数15%盐酸、45~50份双氧水和6~8份烘干羊毛置于搅拌机中,搅拌混合静置3~5h,收集静置混合物并过滤,收集滤饼洗涤、干燥,收集改性羊毛;

(2) 按1:10,将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中,保温搅拌,得混合液并按质量比1:1,将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合,再保温搅拌,调节pH至7.0,过滤得滤液并真空冷冻干燥,研磨粉碎,得分散颗粒;

(3) 按重量份数计,分别称量45~50份去离子水、10~15份双氰胺、6~8份质量分数5%甲醛溶液、6~8份分散颗粒和3~5份丝素蛋白颗粒置于烧杯中,搅拌混合并调节pH至9.0,保温反应,得接枝混合液;

(4) 按重量份数计,分别称量45~50份接枝混合液、3~5份硫酸铝、45~50份乙二醛、25~30份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并超声振荡,得蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂。

2. 根据权利要求1所述的一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法,其特征在于:步骤(1)所述的双氧水为质量分数8%双氧水。

3. 根据权利要求1所述的一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的保温搅拌温度为75~80℃。

4. 根据权利要求1所述的一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法,其特征在于:步骤(3)所述的调节pH采用的是质量分数1%氢氧化钠溶液。

## 一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法，属于衣物整理材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 真丝绸起皱的原因是丝素结晶度低，内部存在大量空隙，无定形区存在大量的盐键和氢键，缺少化学交联，受外力或水分子作用时，盐键和氢键被破坏，分子链发生相对滑移，外力去除时，形变不能恢复，故而产生折皱。防皱整理就是采用树脂填充或化学交联的方法，用能够进入纤维内部的多官能度的小分子化合物处理织物，在纤维素大分子或基本结构单元之间形成共价交联，阻止丝纤维分子链相对滑移，达到抗皱的目的。

[0003] 早期的防皱整理是采用脲-醛树脂或酚醛树脂，主要是通过高温焙烘，在织物上形成网状缩聚物，沉积于纤维中，很少与纤维素羟基发生交联，其工作液不稳定

定，分子量会越聚越大，溶液的粘度也越来越大，抗皱效果不理想。后来出现的二羟甲基乙烯脲(DMEU)，才是严格意义上的纤维交联剂。其分子上含有两个N-羟甲基反应性基团，可在纤维素分子间起交联架桥作用。它的使用使整理产品的抗皱性、耐洗性和工作液的稳定性均有明显提高。目前，已开发的无甲醛抗皱整理剂中，多元羧酸无甲醛整理剂较引人注目，研究得最多。效果最好的是1,2,3,4-丁烷四羧酸(BTCA)，无论耐压等级、白度、耐洗牢度等指标都比较令人满意，但其价格昂贵，经处理的织物强力有所损失。比较廉价的柠檬酸(CA)处理的织物易泛黄，水洗牢度差。见报道的代替丁烷四羧酸的多元羧酸抗皱整理剂多为聚羧酸类整理剂，种类比较单一，且多应用在对棉织物和柞蚕丝的抗皱整理，对真丝绸的抗皱整理应用研究得不多。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题：针对现有真丝整理剂材料水洗牢度差，抗皱性能不佳的问题，提供了一种蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂的制备方法。

[0005] 为解决上述技术问题，本发明采用的技术方案是：

(1)取废弃羊毛并洗净、烘干，收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量45~50份质量分数15%盐酸、45~50份双氧水和6~8份烘干羊毛置于搅拌机中，搅拌混合静置3~5h，收集静置混合物并过滤，收集滤饼洗涤、干燥，收集改性羊毛；

(2)按1:10，将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中，保温搅拌，得混合液并按质量比1:1，将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合，再保温搅拌，调节pH至7.0，过滤得滤液并真空冷冻干燥，研磨粉碎，得分散颗粒；

(3)按重量份数计，分别称量45~50份去离子水、10~15份双氰胺、6~8份质量分数5%甲醛溶液、6~8份分散颗粒和3~5份丝素蛋白颗粒置于烧杯中，搅拌混合并调节pH至9.0，保温反应，得接枝混合液；

(4)按重量份数计，分别称量45~50份接枝混合液、3~5份硫酸铝、45~50份乙二醛、25

~30份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并超声振荡,得蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂。

[0006] 步骤(1)所述的双氧水为质量分数8%双氧水。

[0007] 步骤(2)所述的保温搅拌温度为75~80℃。

[0008] 步骤(3)所述的调节pH采用的是质量分数1%氢氧化钠溶液。

[0009] 本发明与其他方法相比,有益技术效果是:

(1)本发明技术方案采用羊毛角蛋白与主要改性物质,通过双氰胺改性处理,双氰胺接枝改性角蛋白,先将双氰胺单体与甲醛单体进行羟甲基化反应,然后再加入角蛋白,双氰胺的羟甲基化产物中的羟甲基与角蛋白中的氨基发生反应,有效降低羊毛角蛋白材料的分子大小,使其有效渗透至纤维材料孔隙内部,通过填充至蚕丝纤维之间的结构孔隙中,有效改善材料的抗皱性能;

(2)本发明技术方案采用改性羊毛角蛋白和丝素蛋白复合形成交联的三维网状结构对材料进行改性,由于整理剂分子结构中含有的羧基和氯原子跟丝绸蛋白上的氨基或羟基反应,失去氯化氢或水分子,使丝绸蛋白大分子之间产生化学交联,因此抗皱性能提高,从而进一步改善蚕丝纤维衣物材料的抗皱性能。

## 具体实施方式

[0010] 取废弃羊毛并洗净、烘干,收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量45~50份质量分数15%盐酸、45~50份质量分数8%双氧水和6~8份烘干羊毛置于搅拌机中,搅拌混合并置于55~65℃下静置3~5h,收集静置混合物并过滤,收集滤饼并用去离子水冲洗3~5次,真空冷冻干燥并收集改性羊毛,按1:10,将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中,在75~80℃下保温搅拌2~3h,得混合液并按质量比1:1,将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合,再在75~80℃下保温搅拌2~3h,采用冰醋酸调节pH至7.0,过滤得滤液并真空冷冻干燥,研磨粉碎,得分散颗粒;按重量份数计,分别称量45~50份去离子水、10~15份双氰胺、6~8份质量分数5%甲醛溶液、6~8份分散颗粒和3~5份丝素蛋白颗粒置于烧杯中,搅拌混合并用质量分数1%氢氧化钠溶液调节pH至9.0,在75~80℃下保温反应3~5h,得接枝混合液;按重量份数计,分别称量45~50份接枝混合液、3~5份硫酸铝、45~50份乙二醛、25~30份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并置于200~300W下超声振荡3~5h,得蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂。

[0011] 实例1

取废弃羊毛并洗净、烘干,收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量45份质量分数15%盐酸、45份质量分数8%双氧水和6份烘干羊毛置于搅拌机中,搅拌混合并置于55℃下静置3h,收集静置混合物并过滤,收集滤饼并用去离子水冲洗3次,真空冷冻干燥并收集改性羊毛,按1:10,将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中,在75℃下保温搅拌2h,得混合液并按质量比1:1,将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合,再在75℃下保温搅拌2h,采用冰醋酸调节pH至7.0,过滤得滤液并真空冷冻干燥,研磨粉碎,得分散颗粒;按重量份数计,分别称量45份去离子水、10份双氰胺、6份质量分数5%甲醛溶液、6份分散颗粒和3份丝素蛋白颗粒置于烧杯中,搅拌混合并用质量分数1%氢氧化钠溶液调节pH至9.0,在75℃下保温反应3h,得接枝混合液;按重量份数计,分别称量45份接枝混合液、3份硫酸铝、45份乙二醛、25份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并置于200W下超声振荡3h,得蚕丝纤维

用抗皱型衣物整理剂。

[0012] 实例2

取废弃羊毛并洗净、烘干,收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量47份质量分数15%盐酸、47份质量分数8%双氧水和7份烘干羊毛置于搅拌机中,搅拌混合并置于57℃下静置4h,收集静置混合物并过滤,收集滤饼并用去离子水冲洗4次,真空冷冻干燥并收集改性羊毛,按1:10,将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中,在77℃下保温搅拌2h,得混合液并按质量比1:1,将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合,再在77℃下保温搅拌2h,采用冰醋酸调节pH至7.0,过滤得滤液并真空冷冻干燥,研磨粉碎,得分散颗粒;按重量份数计,分别称量47份去离子水、12份双氰胺、7份质量分数5%甲醛溶液、7份分散颗粒和4份丝素蛋白颗粒置于烧杯中,搅拌混合并用质量分数1%氢氧化钠溶液调节pH至9.0,在77℃下保温反应4h,得接枝混合液;按重量份数计,分别称量47份接枝混合液、4份硫酸铝、47份乙二醛、27份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并置于250W下超声振荡4h,得蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂。

[0013] 实例3

取废弃羊毛并洗净、烘干,收集烘干羊毛并按重量份数计分别称量50份质量分数15%盐酸、50份质量分数8%双氧水和8份烘干羊毛置于搅拌机中,搅拌混合并置于65℃下静置5h,收集静置混合物并过滤,收集滤饼并用去离子水冲洗5次,真空冷冻干燥并收集改性羊毛,按1:10,将改性羊毛添加至质量分数10%氢氧化钠溶液中,在80℃下保温搅拌3h,得混合液并按质量比1:1,将混合液与质量分数20%亚硫酸钠溶液搅拌混合,再在80℃下保温搅拌3h,采用冰醋酸调节pH至7.0,过滤得滤液并真空冷冻干燥,研磨粉碎,得分散颗粒;按重量份数计,分别称量50份去离子水、15份双氰胺、8份质量分数5%甲醛溶液、8份分散颗粒和5份丝素蛋白颗粒置于烧杯中,搅拌混合并用质量分数1%氢氧化钠溶液调节pH至9.0,在80℃下保温反应5h,得接枝混合液;按重量份数计,分别称量50份接枝混合液、5份硫酸铝、50份乙二醛、30份CGF柔软剂置于搅拌机中,搅拌混合并置于300W下超声振荡5h,得蚕丝纤维用抗皱型衣物整理剂。

[0014] 将本发明制备的实例1,2,3进行性能测试,具体测试结果如下表表1所示:

表1性能测试表

性能表征		样品		
		实例 1	实例 2	实例 3
織物 原样	干态折皱回复角 /°	228	228	228
	湿态折皱回复角 /°	179	178	178
	白度	73.5	73.5	73.5
整 理 完 成 后 織 絲 級 物 性 能	断裂强力保留率 /%	100	100	100
	干态折皱回复角 /°	305	308	310
	湿态折皱回复角 /°	205	206	208
	白度	72.3	72.5	72.9
	断裂强力保留率 /%	98.12	98.32	98.65

由上表可知,本发明制备的整理剂材料具有优异的抗皱稳定性能。