



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106167984 A

(43)申请公布日 2016. 11. 30

(21)申请号 201610530212.X	<i>D06M 11/44</i> (2006.01)
(22)申请日 2016.07.06	<i>D06M 13/513</i> (2006.01)
(71)申请人 江苏工程职业技术学院	<i>D06M 15/643</i> (2006.01)
地址 226000 江苏省南通市崇川区青年东 路105号	<i>D06M 13/477</i> (2006.01)
(72)发明人 杨晓红 张炜栋	<i>D06L 3/02</i> (2006.01)
(74)专利代理机构 南京瑞弘专利商标事务所 (普通合伙) 32249	<i>D06N 3/00</i> (2006.01)
代理人 徐激波	<i>D06N 3/04</i> (2006.01)
	<i>D06N 3/12</i> (2006.01)
	<i>D06M 101/12</i> (2006.01)

(51) Int. Cl.

D06M 11/76(2006.01)

D06M 10/02(2006.01)

D06M 15/263(2006.01)

D06M 15/507(2006.01)

D06M 15/53(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜
交联羊绒抗菌工艺

(57)摘要

本发明公开了一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,包括如下步骤:(1)羊绒织物经双氧水预处理;(2)羊绒织物等离子体刻蚀工艺;(3)PS-b-PPA多孔抗菌膜制备;(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒。本发明采用低温等离子体预处理羊绒纤维,在羊绒表面发生物理刻蚀和化学氧化,引入反应基团,赋予羊绒优异的亲水效果及化学反应性能后使用硅烷偶联剂复合PS-b-PPA多孔抗菌膜,改善羊绒纤维的抗菌性能。改性抗菌效果明显,时效性高,减少抗菌剂副作用和刺激性、缓释并增加抗菌剂的溶解性,增强抗菌剂稳定性。

1. 一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,其特征在于:包括如下步骤:(1)羊绒织物经双氧水预处理;(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺;(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备;(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒;

其中,所述(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备中:a.在聚合管中加入7-9mg的2,2'-联吡啶,1.4-2.8mg的CuBr,0.08-0.15ml的苯乙烯,0.15-0.25ml的苯甲醚、0.1-0.3ml的溴乙基苯,加入转子,抽真空、通氮反复三次后封管,60℃下反应8h,反应结束后打开聚合管,加适量四氯化碳稀释,得反应混合液;b.将混合溶液经氧化铝短柱过滤,在滤液中加过量甲醇使聚合物沉淀,重复溶解沉淀步骤次,对样品进行纯化,得聚丙烯酸叔丁酯(PtBA);c.以 α -溴丙酸甲酯为引发剂,CuBr为催化体系,用ATRP本体聚合法合成得分子量得聚苯乙烯-b-聚丙烯酸叔丁酯(PS-b-PtBA),然后在浓盐酸于80℃温度下回流,水解脱去叔丁基生成两亲性的聚苯乙烯-b-聚丙烯酸(PS-b-PPA);d.将PS-b-PPA 2-5份、聚乳酸(PLA)2-5份,1份聚乙二醇(PEG)溶解在三氯甲烷中,配成溶液,得PS-b-PPA多孔抗菌基体。

2. 根据权利要求1所述的等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,其特征在于:所述(1)羊绒织物经双氧水预处理中:将待处理羊绒织物在松式状态下按浴比1:15,在0.3-0.5g/L的抗静电剂SN,0.3-0.5g/L的碳酸钠溶液中,40℃恒温皂洗20min,然后水洗,用30% H_2O_2 为20-40mL/L,氧漂稳定剂为0.5-1g/L,渗透剂JFC为0.5-1g/L,60℃处理40min,水洗,去水,烘干。

3. 根据权利要求1所述的等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,其特征在于:所述(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺中:采用Atomflo™250型常压等离子体射流设备,喷出形成等离子体射流改性羊绒织物,羊绒织物平铺于等离子体处理设备的下极板上,常压等离子体处理条件如下:介质氩气,电源参数200V,输出功率6-100KW,处理时间20s。

4. 根据权利要求1所述的等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,其特征在于:所述(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒中:将5-8g/LPS-b-PPA多孔抗菌基体、0.5-1g/L黄连素、0.3-0.5g纳米ZnO、0.3-0.5g的3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂、0.8-1.2g的3-氨丙基三乙氧基硅烷、0.4-0.8g/L的Goon1201氨基硅油溶解在三氯甲烷中,将等离子体预处理羊绒浸入以上整理液,二浸二轧、带液率为50-60、80℃烘干,在羊毛表面成多孔抗菌膜,得成品。

一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺

技术领域

[0001] 本发明属于纺织品功能整理领域,具体涉及一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺。

背景技术

[0002] 进入21世纪以来,羊毛抗菌整理研究主要有:利用抗菌染料上染、化学改性吸附、纳米银涂层以及化学交联接枝等。由于抗菌染料不具广谱抗菌性,化学交联剂戊二醛会使羊毛织物泛黄,羊毛改性吸附和纳米银技术所使用的金属离子抗菌剂大多为Cu和Ag等重金属物质,它们在服用过程中会从纤维表面释放出来,对人体造成危害,同时,整理后排放的废水又会造成环境污染。因此,在追求生活品质和重视环保的今天,人们希望能够利用更加安全、环保、高效的抗菌整理方法和抗菌剂来替代现有的羊毛抗菌整理方式。

发明内容

[0003] 发明目的:为了解决现有技术的不足,本发明提供一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺。

[0004] 技术方案:一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,包括如下步骤:(1)羊绒织物经双氧水预处理;(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺;(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备;(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒;

[0005] 其中,所述(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备中:a.在聚合管中加入7-9mg的2,2'-联吡啶,1.4-2.8mg的CuBr,0.08-0.15ml的苯乙烯,0.15-0.25ml的苯甲醚、0.1-0.3ml的溴乙基苯,加入转子,抽真空、通氮反复三次后封管,60℃下反应8h,反应结束后打开聚合管,加适量四氯化碳稀释,得反应混合液;b.将混合溶液经氧化铝短柱过滤,在滤液中加过量甲醇使聚合物沉淀,重复溶解沉淀步骤次,对样品进行纯化,得聚丙烯酸叔丁酯(PtBA);c.以 α -溴丙酸甲酯为引发剂,CuBr为催化体系,用ATRP本体聚合法合成得分子量得聚苯乙烯-b-聚丙烯酸叔丁酯(PS-b-PtBA),然后在浓盐酸于80℃温度下回流,水解脱去叔丁基生成两亲性的聚苯乙烯-b-聚丙烯酸(PS-b-PPA);d.将PS-b-PPA 2-5份、聚乳酸(PLA)2-5份,1份聚乙二醇(PEG)溶解在三氯甲烷中,配成溶液,得PS-b-PPA多孔抗菌基体。

[0006] 作为优化:所述(1)羊绒织物经双氧水预处理中:将待处理羊绒织物在松式状态下按浴比1:15,在0.3-0.5g/L的抗静电剂SN,0.3-0.5g/L的碳酸钠溶液中,40℃恒温皂洗20min,然后水洗,用30% H_2O_2 为20-40mL/L,氧漂稳定剂为0.5-1g/L,渗透剂JFC为0.5-1g/L,60℃处理40min,水洗,去水,烘干。

[0007] 作为优化:所述(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺中:采用Atomflo™250型常压等离子体射流设备,喷出形成等离子体射流改性羊绒织物,羊绒织物平铺于等离子体处理设备的下极板上,常压等离子体处理条件如下:介质氩气,电源参数200V,输出功率6-100KW,处理时间20s。

[0008] 作为优化:所述(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒中:将5-8g/LPS-b-PPA

多孔抗菌基体、0.5-1g/L黄连素、0.3-0.5g纳米ZnO、0.3-0.5g的3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂、0.8-1.2g的3-氨丙基三乙氧基硅烷、0.4-0.8g/L的Goon1201氨基硅油溶解在三氯甲烷中,将等离子体预处理羊绒浸入以上整理液,二浸二轧、带液率为50-60、80℃烘干,在羊毛表面成多孔抗菌膜,得成品。

[0009] 有益效果:本发明的具体优势如下:

[0010] (1)本发明中,采用等离子体预处理羊绒纤维,赋予羊绒非常好的刻蚀效果后,以3-氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂作为交联剂将架桥基到羊绒表面,制备了反应性羊绒纤维,在整理剂中加入多孔抗菌基体、黄连素、ZnO、阳离子抗菌剂、部分氨基硅油,形成等离子体-PS-b-PPA多孔抗菌膜抗菌工艺。通过PS-b-PPA多孔抗菌膜交联的羊毛织物,菌落数较对照样大幅减少,对大肠杆菌的抑菌率达到了96.6%,获得了良好的抗菌性。

[0011] (2)本发明中,羊绒经低温等离子体处理后可得到非常好的整理剂吸附效果,为工业化提供极好的前处理效果,通过3-氨丙基三乙氧基硅烷的偶联作用将抗菌剂有机的融入羊绒纤维中,使得纤维强力也部分提升,羊绒织物抗菌,保持织物平整。

[0012] (3)本发明中,羊绒织物在松式状态下经双氧水预处理提高羊绒纤维润湿性能,软化羊绒纤维表面鳞片层结构,有利于后道等离子刻蚀,提高刻蚀效果。

[0013] (4)本发明中,采用低温等离子体对羊绒纤维进行刻蚀预处理,破坏表面鳞片,防止羊绒毡缩,使纤维表面产生部分极性基团,增加羊绒表面亲水性及反应活性,同时不损失羊绒纤维强力。

[0014] (5)本发明中,采用PS-b-PPA、聚乳酸、聚乙二醇、制备多孔抗菌基体,通过负载入黄连素、ZnO、3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂后,抗菌性能明显改善,3-氨丙基三乙氧基硅烷给刻蚀的羊绒织物进行架桥,保持织物平整,提高抗菌性,长效性,缓释性。在整理剂中加入氨基硅油有助于提高羊绒织物的手感,填充纤维内缝隙,防止羊绒织物毡缩。

具体实施方式

[0015] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0016] 具体实施例1

[0017] 一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,包括如下步骤:(1)羊绒织物经双氧水预处理;(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺;(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备;(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒。

[0018] 所述(1)羊绒织物经双氧水预处理中:将待处理羊绒织物在松式状态下按浴比1:15,在0.3g/L的抗静电剂SN,0.3g/L的碳酸钠溶液中,40℃恒温皂洗20min,然后水洗,用30% H_2O_2 为20mL/L,氧漂稳定剂为0.5g/L,渗透剂JFC为0.5g/L,60℃处理40min,水洗,去水,烘干。

[0019] 所述(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺中:采用Atomflo™250型常压等离子体射流设备,喷出形成等离子体射流改性羊绒织物,羊绒织物平铺于等离子体处理设备的下极板上,常压等离子体处理条件如下:介质氩气,电源参数200V,输出功率6KW,处理时间20s。

[0020] 所述(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备中:a.在聚合管中加入7mg的2,2'-联吡啶,1.4mg的CuBr,0.08ml的苯乙烯,0.15ml的苯甲醚、0.1ml的溴乙基苯,加入转子,抽真空、通

氮反复三次后封管,60℃下反应8h,反应结束后打开聚合管,加适量四氯化碳稀释,得反应混合液;b.将混合溶液经氧化铝短柱过滤,在滤液中加过量甲醇使聚合物沉淀,重复溶解沉淀步骤次,对样品进行纯化,得聚丙烯酸叔丁酯(PtBA);c.以 α -溴丙酸甲酯为引发剂,CuBr为催化体系,用ATRP本体聚合法合成得分子量得聚苯乙烯-b-聚丙烯酸叔丁酯(PS-b-PtBA),然后在浓盐酸于80℃温度下回流,水解脱去叔丁基生成两亲性的聚苯乙烯-b-聚丙烯酸(PS-b-PPA);d.将PS-b-PPA 2份、聚乳酸(PLA)2份,1份聚乙二醇(PEG)溶解在三氯甲烷中,配成溶液,得PS-b-PPA多孔抗菌基体。

[0021] 所述(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒中:将5-8g/L PS-b-PPA多孔抗菌基体、0.5g/L黄连素、0.3g纳米ZnO、0.3g的3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂、0.8g的3-氨丙基三乙氧基硅烷、0.4g/L的Goon1201氨基硅油溶解在三氯甲烷中,将等离子体预处理羊绒浸入以上整理液,二浸二轧、带液率为50、80℃烘干,在羊毛表面成多孔抗菌膜,得成品。

[0022] 具体实施例2

[0023] 一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,包括如下步骤:(1)羊绒织物经双氧水预处理;(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺;(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备;(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒。

[0024] 所述(1)羊绒织物经双氧水预处理中:将待处理羊绒织物在松式状态下按浴比1:15,在0.5g/L的抗静电剂SN,0.5g/L的碳酸钠溶液中,40℃恒温皂洗20min,然后水洗,用30% H_2O_2 为40mL/L,氧漂稳定剂为1g/L,渗透剂JFC为1g/L,60℃处理40min,水洗,去水,烘干。

[0025] 所述(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺中:采用AtomfloTM250型常压等离子体射流设备,喷出形成等离子体射流改性羊绒织物,羊绒织物平铺于等离子体处理设备的下极板上,常压等离子体处理条件如下:介质氩气,电源参数200V,输出功率100KW,处理时间20s。

[0026] 所述(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备中:a.在聚合管中加入7-9mg的2,2'-联吡啶,2.8mg的CuBr,0.15ml的苯乙烯,0.25ml的苯甲醚、0.3ml的溴乙基苯,加入转子,抽真空、通氮反复三次后封管,60℃下反应8h,反应结束后打开聚合管,加适量四氯化碳稀释,得反应混合液;b.将混合溶液经氧化铝短柱过滤,在滤液中加过量甲醇使聚合物沉淀,重复溶解沉淀步骤次,对样品进行纯化,得聚丙烯酸叔丁酯(PtBA);c.以 α -溴丙酸甲酯为引发剂,CuBr为催化体系,用ATRP本体聚合法合成得分子量得聚苯乙烯-b-聚丙烯酸叔丁酯(PS-b-PtBA),然后在浓盐酸于80℃温度下回流,水解脱去叔丁基生成两亲性的聚苯乙烯-b-聚丙烯酸(PS-b-PPA);d.将PS-b-PPA 5份、聚乳酸(PLA)5份,1份聚乙二醇(PEG)溶解在三氯甲烷中,配成溶液,得PS-b-PPA多孔抗菌基体。

[0027] 所述(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒中:将8g/L PS-b-PPA多孔抗菌基体、1g/L黄连素、0.5g纳米ZnO、0.5g的3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂、1.2g的3-氨丙基三乙氧基硅烷、0.8g/L的Goon1201氨基硅油溶解在三氯甲烷中,将等离子体预处理羊绒浸入以上整理液,二浸二轧、带液率为60、80℃烘干,在羊毛表面成多孔抗菌膜,得成品。

[0028] 具体实施例3

[0029] 一种等离子体预处理PS-b-PPA多孔抗菌膜交联羊绒抗菌工艺,包括如下步骤:(1)

羊绒织物经双氧水预处理；(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺；(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备；(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒。

[0030] 所述(1)羊绒织物经双氧水预处理中：将待处理羊绒织物在松式状态下按浴比1:15,在0.4g/L的抗静电剂SN,0.4g/L的碳酸钠溶液中,40℃恒温皂洗20min,然后水洗,用30% H_2O_2 为30mL/L,氧漂稳定剂为0.8g/L,渗透剂JFC为0.7g/L,60℃处理40min,水洗,去水,烘干。

[0031] 所述(2)羊绒织物等离子刻蚀工艺中：采用Atomflo™250型常压等离子体射流设备,喷出形成等离子体射流改性羊绒织物,羊绒织物平铺于等离子体处理设备的下极板上,常压等离子体处理条件如下：介质氩气,电源参数200V,输出功率50KW,处理时间20s。

[0032] 所述(3)PS-b-PPA多孔抗菌基体制备中：a.在聚合管中加入8mg的2,2'-联吡啶,1.9mg的CuBr,0.13ml的苯乙烯,0.22ml的苯甲醚、0.2ml的溴乙基苯,加入转子,抽真空、通氮反复三次后封管,60℃下反应8h,反应结束后打开聚合管,加适量四氯化碳稀释,得反应混合液；b.将混合溶液经氧化铝短柱过滤,在滤液中加过量甲醇使聚合物沉淀,重复溶解沉淀步骤次,对样品进行纯化,得聚丙烯酸叔丁酯(PtBA)；c.以 α -溴丙酸甲酯为引发剂,CuBr为催化体系,用ATRP本体聚合法合成得分子量得聚苯乙烯-b-聚丙烯酸叔丁酯(PS-b-PtBA),然后在浓盐酸于80℃温度下回流,水解脱去叔丁基生成两亲性的聚苯乙烯-b-聚丙烯酸(PS-b-PPA)；d.将PS-b-PPA 4份、聚乳酸(PLA)3份,1份聚乙二醇(PEG)溶解在三氯甲烷中,配成溶液,得PS-b-PPA多孔抗菌基体。

[0033] 所述(4)PS-b-PPA多孔抗菌膜交联复合改性羊绒中：将6g/L PS-b-PPA多孔抗菌基体、0.8g/L黄连素、0.4g纳米ZnO、0.4g的3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂、1.0g的3-氨丙基三乙氧基硅烷、0.6g/L的Goon1201氨基硅油溶解在三氯甲烷中,将等离子体预处理羊绒浸入以上整理液,二浸二轧、带液率为55、80℃烘干,在羊毛表面成多孔抗菌膜,得成品。

[0034] 本发明中,采用等离子体预处理羊绒纤维,赋予羊绒非常好的刻蚀效果后,以3-氨丙基三乙氧基硅烷偶联剂作为交联剂将架桥基到羊绒表面,制备了反应性羊绒纤维,在整理剂中加入多孔抗菌基体、黄连素、ZnO、阳离子抗菌剂、部分氨基硅油,形成等离子体-PS-b-PPA多孔抗菌膜抗菌工艺。通过PS-b-PPA多孔抗菌膜交联的羊毛织物,菌落数较对照样大幅减少,对大肠杆菌的抑菌率达到了96.6%,获得了良好的抗菌性。

[0035] 羊绒经低温等离子体处理后可得到非常好的整理剂吸附效果,为工业化提供极好的前处理效果,通过3-氨丙基三乙氧基硅烷的偶联作用将抗菌剂有机的融入羊绒纤维中,使得纤维强力也部分提升,羊绒织物抗菌,保持织物平整。

[0036] 羊绒织物在松式状态下经双氧水预处理提高羊绒纤维润湿性能,软化羊绒纤维表面鳞片层结构,有利于后道等离子刻蚀,提高刻蚀效果。

[0037] 采用低温等离子体对羊绒纤维进行刻蚀预处理,破坏表面鳞片,防止羊绒毡缩,使纤维表面产生部分极性基团,增加羊绒表面亲水性及反应活性,同时不损失羊绒纤维强力。

[0038] 采用PS-b-PPA、聚乳酸、聚乙二醇、制备多孔抗菌基体,通过负载入黄连素、ZnO、3-三甲氧基硅基-丙基二甲基十八烷基氯化铵抗菌剂后,抗菌性能明显改善,3-氨丙基三乙氧基硅烷给刻蚀的羊绒织物进行架桥,保持织物平整,提高抗菌性,长效性,缓释性。在整理剂中加入氨基硅油有助于提高羊绒织物的手感,填充纤维内缝隙,防止羊绒织物毡缩。

[0039] 本发明不局限于上述最佳实施方式,任何人在本发明的启示下都可得出其他各种形式的产品,但不论在其形状或结构上作任何变化,凡是具有与本申请相同或相近似的技术方案,均落在本发明的保护范围之内。