



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102558552 B

(45) 授权公告日 2013. 10. 09

(21) 申请号 201110413872. 7

(22) 申请日 2011. 12. 10

(73) 专利权人 江阴市尼美达助剂有限公司

地址 214426 江苏省无锡市江阴市新桥镇工业集中区(新杨路旁)

(72) 发明人 徐美君 赵洪秀

(74) 专利代理机构 江阴市同盛专利事务所(普通合伙) 32210

代理人 唐纫兰 曾丹

(51) Int. Cl.

C08G 73/02(2006. 01)

D06P 5/08(2006. 01)

审查员 宋镇宇

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

无醛固色剂的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种无醛固色剂的制备方法。其特征在于:所述固色剂是采用胺与环氧氯丙烷反应生成缩合物,所述胺为总胺,它由己二胺和其它物质混合而成,所述其它物质为氨水、一甲胺、二甲胺、二乙烯三胺、三乙烯四胺、四乙烯五胺、乙二胺、尿素及脲取代物中的一种或多种。本发明制备的固色剂具有染色牢度高,能提高干湿摩擦牢度、水洗色牢度,对敏感色光影响小,用量少等优点,对于翠兰艳兰等敏感色染料固色时基本不产生色相变化,且无甲醛污染环境,原料易得,生产工艺简单。

1. 一种无醛固色剂的制备方法,其特征在于:所述固色剂是采用胺与环氧氯丙烷反应生成缩合物,所述胺为总胺,它由己二胺和其它物质混合而成,所述其它物质为二乙烯三胺;

所述方法是在反应容器中加入二乙烯三胺、部分己二胺和去离子水,所述部分己二胺为己二胺总量的 25-35%,边搅拌边升温,至 60℃ -65℃,缓缓滴加环氧氯丙烷进行加成反应,滴加时间 2-3h,滴加完毕;继续保温反应 30-40min,滴加剩余的己二胺溶液,滴加时间 0.5-1h,滴加完毕,继续保温反应 3-4 小时,冷却降温至 40℃ 以下,加盐酸调 PH 值为 5-6,得成品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种无醛固色剂的制备方法,其特征在于:所述环氧氯丙烷与总胺的摩尔比为 1:1 ~ 1:3。

3. 根据权利要求 1 所述的一种无醛固色剂的制备方法,其特征在于:所述其它物质与己二胺的摩尔比为 1:1.2 ~ 1:1.7。

无醛固色剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种无醛固色剂的制备方法,主要用于纺织品染色织物的固色。尤其适用于翠兰艳兰等敏感色染料的固色。

背景技术

[0002] 目前的固色剂大致可以分为阳离子聚合物型固色剂、树脂型固色剂(含甲醛树脂型固色剂,含多胺树脂型固色剂)、交联反应型固色剂。

[0003] 反应型无醛固色剂是以环氧氯丙烷为反应性物质与胺、醚、羧酸、酰胺等反应制得的固色剂。大多数为聚合物,具有阳离子性的反应性基团,能与负电性染料(活性、酸性、直接染料)成盐结合,又能与纤维和染料中的羟基、氨基等基团交联,从而提高其湿处理牢度。

[0004] 目前造成染色织物牢度不能满足要求的原因是多方面的,直接染料染色时,染料仅靠范德华力,氢键与纤维结合,染料与纤维的结合力较小,并且它们的分子结构中存在磺酸基、羧基等亲水基团,在洗涤时,染料易溶于水中而脱离纤维,导致其湿处理牢度较差。活性染料分子中的反应性基团易与纤维以共价键结合。从理论上讲,活性染料与纤维形成的共价键是相当坚牢的,不存在染色牢度问题。实质上,在染色过程中,特别是染浓色时,往往会发生因染料浓度过高而使染色织物上存在大量未固着的活性染料,这些未固着的染料很难从染色织物上洗除,这部分染料在洗涤过程中就会掉色;同时,有些活性基与纤维间所形成的化学键易水解,造成湿处理牢度较低。

[0005] 我国加入 WTO 后,对纺织品的加工要求与国际接轨,其中最重要的是对纺织品上甲醛含量的限制与色牢度的要求。国外订单对色牢度的要求很严格,湿摩擦牢度要求 3 级以上(而目前国内外固色剂能达到 3 级的很少,尤其是活性染料染深浓色),湿烫牢度 4 级以上,皂洗与白布沾色牢度 4-5 级,为了提高织物的染色牢度,需用固色剂对织物进行固色处理。并且,对甲醛含量的要求也很高,内衣要低于 30mg/Kg,婴儿服装要求不含甲醛。因此,高效无甲醛固色剂的开发是目前的发展趋势。

[0006] 市场上出现多种参差不齐的无醛固色剂,虽对环保上和染色牢度上基本能满足要求。但对于翠兰艳兰等敏感色染料固色时易产生色相变化。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于克服上述不足,提供一种固色牢度高,且对于翠兰艳兰等敏感色染料固色时不易产生色相变化的固色剂的制备方法。

[0008] 本发明的目的是这样实现的:

[0009] 一种无醛固色剂的制备方法,所述固色剂是采用胺与环氧氯丙烷反应生成缩合物,所述胺为总胺,它由己二胺和其它物质混合而成,所述其它物质为氨水、一甲胺、二甲胺、二乙烯三胺、三乙烯四胺、四乙烯五胺、乙二胺、尿素及脲取代物中的一种或多种。

[0010] 作为本发明的优选方案,所述胺为总胺,它是二乙烯三胺和己二胺的混合物,所述二乙烯三胺与己二胺的摩尔比为 1:1.2 ~ 1:1.7,所述环氧氯丙烷与总胺的摩尔比为 1:1 ~

度,对敏感色光影响小,用量少等优点,对于翠兰艳兰等敏感色染料固色时基本不产生色相变化,且无甲醛污染环境,原料易得,生产工艺简单。

具体实施方式

[0024] 实施例 1:

[0025] 在四口烧瓶中加入一定量的二乙烯三胺、部分己二胺(占己二胺总量的 25-35%)和去离子水,边搅拌边升温,至 60℃ -65℃,缓缓滴加一定量的环氧氯丙烷进行加成反应,滴加时间 2-3h,滴加完毕;继续保温反应 30-40min,滴加剩余的己二胺溶液,滴加时间 0.5-1h,滴加完毕,继续保温反应 3-4 小时,检测合格,冷却降温至 40℃ 以下,加一定量的盐酸调 PH 值为 5-6,最后得到含固量在 35% 左右的固色剂。

[0026] 制备过程中,所述二乙烯三胺与己二胺的摩尔比为 1:1.2 ~ 1:1.7,所述环氧氯丙烷与总胺的摩尔比为 1:1 ~ 1:3。

[0027] 本实施例 1 制备的固色剂的特性如下:

[0028] 外观:黄绿色透明液体

[0029] 离子性:阳离子型

[0030] PH:6-7

[0031] 溶解性:能与任何比例混容与冷、热水中

[0032] 相容性:可与非离子、阳离子型助剂混合使用

[0033] 储存稳定性:储存稳定期 6 个月以上。

[0034] 实施例 2:

[0035] 本实施例与实施例 1 的区别在于,采用二甲胺代替二乙烯三胺,所述二甲胺与己二胺的摩尔比为 1:1.2。

[0036] 实施例 3:

[0037] 本实施例与实施例 1 的区别在于,采用三乙烯四胺代替二乙烯三胺,所述三乙烯四胺与己二胺的摩尔比为 1:1.5。

[0038] 实施例 4:

[0039] 本实施例与实施例 1 的区别在于,采用四乙烯五胺代替二乙烯三胺,所述四乙烯五胺与己二胺的摩尔比为 1:1.7。

[0040] 实施例 5:

[0041] 本实施例与实施例 1 的区别在于,采用二甲胺与尿素摩尔比 1:1 混合代替二乙烯三胺,所述二甲胺与尿素的总数与己二胺的摩尔比为 1:1.7。

[0042] 对本发明制备的无醛固色剂进行性能测试分析:

[0043] 固色使用时的工艺条件:固色剂用量(相对织物量):浅色 0.5% ~ 1.0%,中色 1.0% ~ 2.5%,深色 3.0% ~ 4.0%,浴比 1:20 ~ 1:50,固色温度:50-60℃;固色时间:20 ~ 30min。

[0044] 分别取本发明按各实施例方法制备的固色剂并同时取市售常规的固色剂作为对比,按下述方法进行处理,对固色效果进行对比。

[0045] 1、染色打样

[0046] 染料(直接染料或活性染料)2% (相对织物量);织物为经前处理的机织棉平布;染

色方法参照各类染料的染色打样方法。

[0047] 2、固色处理

[0048] 固色剂 X%(相对织物量),具体用量根据染色深度而定,一般为 2%~4%,浴比 1:20,温度 40~60℃。取染色后并洗净的织物,浸于上述升温至预定温度的固色工作液中,在该温度下进行固色处理 30min 取出,150~160℃烘干。

[0049] 3、固色效果的评定

[0050] ①色相变化,将未固色处理布与固色(翠兰艳兰等敏感色)处理布用灰色变色分及样卡评级,并以未固色处理布为基准,注明色调变化情况。

[0051] ②水洗色牢度。将固色前后的染色布按下法测定耐水浸色牢度,比较测定结果。取 5cm×8cm 布样一块,在正面缝合面积相同的标准白棉织物一块,浸入 50ml 蒸馏水中,保持 30±5℃,6h 后取出挤干,分开试样和白布,在室温或 40℃以下干燥,分别用褪色样卡测定色布褪色级数和用沾色样卡测定的布与色布接触的一面的沾色级数,耐水浸色牢度的标准测定方法可详见 GB5713-85 标准。

[0052] ③皂洗牢度。将固色前后的染色布按下法测定耐洗色牢度,比较测定结果。取 5cm×10cm 的试样布一块,在正面缝合面积相同的标准白棉织物一块,投入到盛有 100ml 含 5g 皂片的工作液的 250ml 玻璃染杯中,置于水浴锅上,稍加搅拌,使其湿透,在 40℃下处理 30min (在 10min 和 20min 时需剧烈搅拌一次,每次 30 转),取出,用 40℃温水洗涤并挤干,分开试样和白布,在室温或 40℃以下干燥。分别评定色布皂洗褪色(变色)和白布沾色的级别。耐洗色牢度的标准测定方法可详见 GB3921-83 方法标准。

[0053] ④干、湿摩擦牢度。将固色前后的染色试样按 GB3920-83 方法的测定耐摩擦色牢度,比较固色前后牢度的提高程度。

[0054] ⑤汗渍牢度。将固色前后的染色布按下法测定耐汗渍色牢度,比较测定结果。取 5cm×50cm 试样一块,在正面缝合面积相同的标准白织物,放在每升含有 5g 食盐和 6ml24% 氨液的 40ml 试液中。操作时试样浸透后两面各夹以玻片,在 37±2℃试液中浸 30min,取出挤干;然后在上述溶液中加入 10% 醋酸 2.8ml,并按上述操作法,将试样再浸渍 30min,取出挤干,分开试样和白布,不经洗涤,在室温或 40℃以下干燥,分别用褪色样卡和沾色样卡评级。耐汗渍色牢度的标准测试方法可详见 GB3922-83 方法标准。

[0055] 固色剂的性能测试结果汇总表:

[0056]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	对比例 1
色相变化	无色相变化	甚小色相变化	无色相变化	无色相变化	甚小色相变化	色相变化明显
水洗色牢度	5 级	5 级	5 级	5 级	4 级	3 级
皂洗牢度	5 级	4 级	4 级	4 级	4 级	4 级
干摩擦牢度	4 级	3 级	4 级	4 级	4 级	3 级
湿摩擦牢度	3 级	3 级	3 级	3 级	3 级	2-3 级
汗渍牢度	4 级	4 级	4 级	3 级	3 级	3 级