



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105544242 A

(43) 申请公布日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201511007162. 9

(22) 申请日 2015. 12. 30

(71) 申请人 江阴市长泾花园毛纺织有限公司

地址 214400 江苏省无锡市江阴市长泾镇花园村

(72) 发明人 赵军伟 林红

(51) Int. Cl.

D06P 1/38(2006. 01)

D06P 1/613(2006. 01)

D06P 1/642(2006. 01)

D06P 1/649(2006. 01)

D06P 1/651(2006. 01)

D06P 1/673(2006. 01)

D06P 3/14(2006. 01)

D06P 5/04(2006. 01)

D06P 5/08(2006. 01)

D06P 5/20(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种羊毛面料的低温染色工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种羊毛面料的低温染色工艺,包括配置染料混合溶液、染色、固色、后处理等步骤。通过采用一浴法染色,通过在染料混合溶液中加入对羊毛角蛋白具有溶解作用的离子液体,在染色初期对羊毛纤维的角蛋白部分溶解,升温后利用稀土离子的强渗透性和强扩散性,加速染料分子的快速渗透,带正电荷的稀土离子与羊毛纤维的负电静电吸引,可深入羊毛纤维内部,可与羊毛纤维中经离子液体处理后暴露的赖氨酸残键等决定羊毛白度的基团发生配位作用,保证染色前后羊毛颜色较小的黄变。

1. 一种羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,包括如下步骤:

S1:配置染料混合溶液,染料混合溶液中包含活性染料、元明粉、可溶性氯化稀土、pH值调节剂、离子液体和水,羊毛面料与活性染料的重量之比为1:(0.02~0.045);所述可溶性氯化稀土中的稀土元素为选自轻稀土和中稀土中的至少一种,羊毛面料与氯化稀土的重量之比为1:(0.001~0.005),染料混合溶液的pH值为4.5~5.5,羊毛面料与离子液体的重量之比为1:(0.15~0.35);

S2:将羊毛面料浸渍在S1所配置的染料混合溶液中,升温至45~50°C,保温3~5h,然后再次升温至90~95°C,升温速率为0.5~1.5°C/min,保温1~3h后降温,后降温至65~70°C;

S3:向染料混合溶液中加入固色剂,调节pH值保持在4~4.5,保温0.5~1.5h,降温,轧液至轧余率为80~90%;

S4:微波加热固色处理2~7分钟,微波功率400~600W;

S5:清洗烘干,得染色羊毛面料。

2. 根据权利要求1所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述pH值调节剂为选自柠檬酸-柠檬酸钠缓冲对和乙酸-乙酸钠缓冲对中的一种。

3. 根据权利要求1所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述可溶性氯化稀土为选自氯化镨、氯化钕、氯化钆和氯化钇中的至少一种。

4. 根据权利要求3所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述可溶性氯化稀土为氯化镨和氯化钆混合而成,氯化镨占可溶性氯化稀土的重量百分比为20~50%。

5. 根据权利要求1所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述染料混合溶液还包括匀染剂,所述匀染剂为聚氧乙烯醚类表面活性剂。

6. 根据权利要求5所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述固色剂由甲壳素和单宁酸混合而成,羊毛面料与固色剂的重量之比为1:(0.03~0.06),固色剂中单宁酸的重量百分比为60~80%。

7. 根据权利要求1所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述羊毛面料与元明粉的重量之比为1:(0.005~0.02);羊毛面料与匀染剂的重量之比为1:(0.02~0.05)。

8. 根据权利要求1所述的羊毛面料等离子预处理染色方法,其特征在于,所述染料混合溶液中还包括氧化剂和还原剂,染料混合溶液中氧化剂的摩尔浓度为0.03~0.06mol/L,染料混合溶液中还原剂的摩尔浓度为0.005~0.015 mol/L。

9. 根据权利要求1所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述离子液体为选自1-异丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体、1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体、1-乙基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体中的至少一种。

10. 根据权利要求8所述的羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,所述氧化剂为双氧水,所述还原剂为硫脲和/或乙二醛。

一种羊毛面料的低温染色工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及面料技术领域,具体涉及一种羊毛面料的低温染色工艺。

背景技术

[0002] 羊毛是一种优良的天然蛋白质纤维,以其丰满的手感,优良的吸湿性、弹性、透气性、保暖性、舒适性以及独特的成衣效果而深受人们的喜爱。但是在羊毛纺织品的加工过程中,如果处理不当,比如,染色调节控制不当,这些优良的性能就会受到影响,羊毛纤维的损伤就是其中的一种。羊毛损伤的结果会导致纤维强力下降、延伸度降低、拉伸性能恶化、纤维可纺性下降,以及纤维弹性降低、容易脆化、蓬松度下降等问题。

[0003] CN102409557A公开了一种采用离子液体在染色前预处理羊毛面料的方法,其中的离子液体为丁基咪唑氯盐,在室温下用离子液体和水组成的二元溶剂对羊毛表面进行处理,水洗,染色温度为 $65\sim 85^{\circ}\text{C}$ 。CN102277754 B中也公开了一种离子液体在染色前预处理羊毛面料的方法,离子液体采用甲基咪唑溴盐、甲基咪唑氯盐和甲基咪唑醋酸盐,其预处理方法为将羊毛用离子液体在 $60\sim 80^{\circ}\text{C}$,浴比 $1:10\sim 30$ 下,处理 $5\sim 20\text{min}$,将羊毛所吸附的离子液体轧出并回收再生利用,用乙醇清洗羊毛并回收离子液体,用水漂洗后烘干。但是,上述工艺步骤繁琐,离子液体处理后的羊毛面料还需要用乙醇能清洗,大部分离子液体具有一定的粘度,其深入羊毛纤维内部的离子液体量较少,最终表现为离子液体对羊毛的预处理速率低,预处理需要花费较长时间。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服现有技术中存在的缺陷,提供一种上染速率快且步骤简单的羊毛面料的低温染色工艺。

[0005] 为实现上述技术效果,本发明的技术方案为:一种羊毛面料的低温染色工艺,其特征在于,包括如下步骤:

S1:配置染料混合溶液,染料混合溶液中包含活性染料、元明粉、可溶性氯化稀土、pH值调节剂、离子液体和水,羊毛面料与活性染料的重量之比为 $1:(0.02\sim 0.045)$;所述可溶性氯化稀土中的稀土元素为选自轻稀土和中稀土中的至少一种,羊毛面料与氯化稀土的重量之比为 $1:(0.001\sim 0.005)$,染料混合溶液的pH值为 $4.5\sim 5.5$,羊毛面料与离子液体的重量之比为 $1:(0.15\sim 0.35)$;

S2:将羊毛面料浸渍在S1所配置的染料混合溶液中,升温至 $45\sim 50^{\circ}\text{C}$,保温 $3\sim 5\text{h}$,然后再次升温至 $90\sim 95^{\circ}\text{C}$,升温速率为 $0.5\sim 1.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$,保温 $1\sim 3\text{h}$ 后降温,后降温至 $65\sim 70^{\circ}\text{C}$;

S3:向染料混合溶液中加入固色剂,调节pH值保持在 $4\sim 4.5$,保温 $0.5\sim 1.5\text{h}$,降温,轧液至轧余率为 $80\sim 90\%$;

S4:微波加热固色处理 $2\sim 7$ 分钟,微波功率 $400\sim 600\text{W}$;

S5:清洗烘干,得染色羊毛面料。

[0006] 离子液体与水混溶,有助于降低染液的表面张力,润湿能力强,升温条件下离子液

体逐渐溶解羊毛纤维表面的角蛋白,破坏鳞片层,再次升温后,利用染料混合溶液中的稀土离子的强渗透性和强扩散性,加速染料分子的快速渗透,另外,带正电荷的稀土离子与羊毛纤维的负电静电吸引,可深入羊毛纤维内部,可与羊毛纤维中经离子液体处理后暴露的赖氨酸残键等决定羊毛白度的基团发生配位作用,保证染色前后羊毛颜色较小的黄变。

[0007] 毛用活性染料在弱酸性条件下的染色上染率最高,为了保证染料混合溶液酸碱度稳定且与羊毛等电点相适配,优选的技术方案为,所述pH值调节剂为选自柠檬酸-柠檬酸钠缓冲对和乙酸-乙酸钠缓冲对中的一种。

[0008] 优选的技术方案为,所述可溶性氯化稀土为选自氯化镨、氯化钕、氯化钆和氯化钷中的至少一种。上述四种稀土离子的加入对染料的上染率和染色牢度提高明显,着色均匀,且由于稀土离子活性较强,其与羊毛纤维的反应活性远大于三价铬,经含可溶性氯化稀土的染料混合溶液还可改善三价铬造成的羊毛偏绿光的现象。

[0009] 进一步优选的技术方案为,所述可溶性氯化稀土为氯化镨和氯化钆混合而成,氯化镨占可溶性氯化稀土的重量百分比为20~50%。氯化镨和氯化钆对淋巴细胞转化及腹腔巨噬细胞吞噬功能均具有明显的促进作用,因此将氯化镨和氯化钆用于染液中,不仅可以加快上染速率,还可以赋予羊毛面料优良的抗菌性能。

[0010] 优选的技术方案为,所述染料混合溶液还包括匀染剂,所述匀染剂为聚氧乙烯醚类表面活性剂。稀土离子与染料分子上的活性基团发生作用生成稳定的大分子络合物,与小分子的染料分子相比,大分子络合物的表面能较低,聚氧乙烯醚类表面活性剂的加入不仅有助于上述大分子络合物的分散,还可以阻止上述大分子络合物之间的聚集,提高低温条件下的染色速率。

[0011] 优选的技术方案为,所述固色剂由甲壳素和单宁酸混合而成,羊毛面料与固色剂的重量之比为1:(0.03~0.06),固色剂中单宁酸的重量百分比为60~80%。微波加热后,羊毛中的水分子和染料分子发生振荡,羊毛微观孔隙中水份蒸发,染料分子在微波作用下也可发生诱导而升温,达到深入羊毛纤维孔径进一步促进上染的效果;另外,固色剂与染料分子和羊毛纤维发生交联,在纤维上形成多层吸附,对羊毛表面吸附的染料分子形成包覆结构,堵塞羊毛微观孔隙,阻碍染料分子的扩散。

[0012] 优选的技术方案为,所述羊毛面料与元明粉的重量之比为1:(0.005~0.02);羊毛面料与匀染剂的重量之比为1:(0.02~0.05)。稀土离子的助染活性强,可以减少染料溶液中元明粉的用量,元明粉的加入可以提高染料在羊毛面料中的固色率,元明粉加入量过大还会导致稀土离子与染料分子反应生成的大分子络合物聚集,不利于提高上染率。

[0013] 优选的技术方案为,所述染料混合溶液中还包括氧化剂和还原剂,染料混合溶液中氧化剂的摩尔浓度为0.03~0.06mol/L,染料混合溶液中还原剂的摩尔浓度为0.005~0.015 mol/L。虽然氧化剂和还原剂可以破坏羊毛纤维的表面结构,具体表面为与决定羊毛颜色的赖氨酸残基发生反应,但是一定浓度的氧化剂和还原剂对羊毛纤维破坏有限,而且氧化剂和还原剂发生氧化还原反应会产生大量的自由基,上述自由基可活化羊毛纤维表面和染料大分子络合物,进一步提高染料的吸附能力以及染料与羊毛纤维之间的共价键吸附稳定性,利于上染和固色。

[0014] 优选的技术方案为,所述离子液体为选自1-异丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体、1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体、1-乙基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体

中的至少一种。甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体的偏酸性,且酸性较弱,可对羊毛表层的鳞片层进行部分地剥除,同时减少对于剥除鳞片层后羊毛纤维的进一步损伤。

[0015] 优选的技术方案为,所述氧化剂为双氧水,所述还原剂为硫脲和/或乙二醛。双氧水对上染前面料具有一定的漂白作用,避免染色后面料整体色泽泛黄的现象。双氧水和硫脲反应可生成二硫化硫脲,再水溶液中呈弱酸性,有助于维持染色所需弱酸性体系,省去pH值调节剂缓冲对的使用。另外,硫脲对羊毛也具有漂白作用。乙二醛被氧化可生成乙二酸,其酸性较强,因此优选的还原剂为硫脲。

[0016] 本发明的优点和有益效果在于:

通过采用一浴法染色,通过在染料混合溶液中加入对羊毛角蛋白具有溶解作用的离子液体,在染色初期对羊毛纤维的角蛋白部分溶解,升温后利用稀土离子的强渗透性和强扩散性,加速染料分子的快速渗透,带正电荷的稀土离子与羊毛纤维的负电静电吸引,可深入羊毛纤维内部,可与羊毛纤维中经离子液体处理后暴露的赖氨酸残键等决定羊毛白度的基团发生配位作用,保证染色前后羊毛颜色较小的黄变;

固色剂固色与微波固色相结合,进一步提高羊毛面料的色牢度性能;

本发明所得染色羊毛面料手感顺滑,色泽鲜艳,同时还具有一定的抗菌性能。

具体实施方式

[0017] 下面结合实施例,对本发明的具体实施方式作进一步描述。以下实施例仅用于更加清楚地说明本发明的技术方案,而不能以此来限制本发明的保护范围。

[0018] 实施例1:

实施例1(简称S1,下述实施例相同)的羊毛面料的低温染色工艺包括如下步骤:

S1:配置染料混合溶液,染料混合溶液中包含活性染料、元明粉、可溶性氯化稀土、pH值调节剂、离子液体和水,羊毛面料与活性染料的重量之比为1:0.02;可溶性氯化稀土中的稀土元素为选自轻稀土和中稀土中的至少一种,羊毛面料与氯化稀土的重量之比为1:0.001,染料混合溶液的pH值为4.5,羊毛面料与离子液体的重量之比为1:0.15;pH值调节剂柠檬酸;可溶性氯化稀土为氯化镧;羊毛面料与元明粉的重量之比为1:0.004;离子液体为1-丁基-3-甲基咪唑氯盐子液体;

S2:将羊毛面料浸渍在S1所配置的染料混合溶液中,升温至45℃,保温3h,然后再次升温至90℃,升温速率为0.5℃/min,保温1h后降温,后降温至65℃;

S3:向染料混合溶液中加入固色剂,调节pH值保持在4,保温0.5h,降温,轧液至轧余率为80%;固色剂为单宁酸;

S4:微波加热固色处理2分钟,微波功率400W;

S5:清洗烘干,得染色羊毛面料。

[0019] 实施例2

实施例2与实施例1的区别为:

S1:配置染料混合溶液,染料混合溶液中包含活性染料、元明粉、可溶性氯化稀土、pH值调节剂、离子液体和水,羊毛面料与活性染料的重量之比为1:0.045;所述可溶性氯化稀土中的稀土元素为选自轻稀土和中稀土中的至少一种,羊毛面料与氯化稀土的重量之比为1:0.005,染料混合溶液的pH值为5.5,羊毛面料与离子液体的重量之比为1:0.35;pH值调节剂

为乙酸-乙酸钠缓冲对;可溶性氯化稀土为氯化钆和氯化镧混合而成,氯化镧占可溶性氯化稀土的重量百分比为50%;羊毛面料与元明粉的重量之比为1:0.005;染料混合溶液还包括匀染剂,匀染剂为聚氧乙烯醚类表面活性剂;羊毛面料与匀染剂的重量之比为1:0.02;离子液体为1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体;

S2:将羊毛面料浸渍在S1所配置的染料混合溶液中,升温至50℃,保温5h,然后再次升温至95℃,升温速率为0.5℃/min,保温3h后降温,后降温至70℃;

S3:向染料混合溶液中加入固色剂,调节pH值保持在4.5,保温1.5h,降温,轧液至轧余率为90%;固色剂由甲壳素和单宁酸混合而成,羊毛面料与固色剂的重量之比为1:0.03,固色剂中单宁酸的重量百分比为60%。

[0020] S4:微波加热固色处理7分钟,微波功率600W;

S5:清洗烘干,得染色羊毛面料。

[0021] 实施例3

实施例3与实施例1的区别为:

S1:配置染料混合溶液,染料混合溶液中包含活性染料、元明粉、可溶性氯化稀土、pH值调节剂、离子液体和水,羊毛面料与活性染料的重量之比为1:0.032;所述可溶性氯化稀土中的稀土元素为选自轻稀土和中稀土中的至少一种,羊毛面料与氯化稀土的重量之比为1:0.003,染料混合溶液的pH值为5,羊毛面料与离子液体的重量之比为1:0.25; pH值调节剂为柠檬酸-柠檬酸钠缓冲对;可溶性氯化稀土为氯化镨和氯化钆混合而成,氯化镨占可溶性氯化稀土的重量百分比为20%;羊毛面料与元明粉的重量之比为1:0.02;羊毛面料与匀染剂的重量之比为1:0.05;离子液体为1-异丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐离子液体;

S2:将羊毛面料浸渍在S1所配置的染料混合溶液中,升温至47℃,保温4h,然后再次升温至92℃,升温速率为1℃/min,保温1~3h后降温,后降温至67℃;

S3:向染料混合溶液中加入固色剂,调节pH值保持在4.2,保温0.1h,降温,轧液至轧余率为85%;固色剂由甲壳素和单宁酸混合而成,羊毛面料与固色剂的重量之比为1:0.06,固色剂中单宁酸的重量百分比为80%。

[0022] S4:微波加热固色处理5分钟,微波功率500W;

S5:清洗烘干,得染色羊毛面料。

[0023] 染料混合溶液中还包括氧化剂和还原剂,染料混合溶液中氧化剂的摩尔浓度为0.03mol/L,染料混合溶液中还原剂的摩尔浓度为0.005mol/L;氧化剂为双氧水,还原剂为硫脲。

[0024] 实施例4

实施例4与实施例3的区别为:

可溶性氯化稀土为氯化镨和氯化钆混合而成,氯化镨占可溶性氯化稀土的重量百分比为50%;羊毛面料与元明粉的重量之比为1:0.012;羊毛面料与匀染剂的重量之比为1:0.035;

染料混合溶液中还包括氧化剂和还原剂,染料混合溶液中氧化剂的摩尔浓度为0.06mol/L,染料混合溶液中还原剂的摩尔浓度为0.015 mol/L;氧化剂为双氧水,还原剂为乙二醛。

[0025] 实施例5

可溶性氯化稀土为氯化镨和氯化钆混合而成,氯化镨占可溶性氯化稀土的重量百分比为35%;染料混合溶液中还包括氧化剂和还原剂,染料混合溶液中氧化剂的摩尔浓度为0.045mol/L,染料混合溶液中还原剂的摩尔浓度为0.01 mol/L;氧化剂为双氧水,还原剂为硫脲。

[0026] 对比例1(简称D1,下同):对比例1染料混合溶液中不含有离子液体;

对比例2:对比例2的染料混合溶液中不添加可溶性氯化稀土。对比例1和2的工艺参数同实施例5。

[0027] 实施例、对比例试样的性能检测:

1、随机抽取10根羊毛织物中的羊毛纤维,采用电子单纤维强力机对其强力进行检测,取平均值。

[0028] 2、采用分光光度计对羊毛面料的上染率进行检测;

3、采用手感仪对羊毛面料的手感进行检测(I~V级,I级柔软度最优);

采用 722N 型可见分光光度计测定原液和染后残液的吸光度 A_0 和 A_n ,则染料在纤维上的上染百分率为:

$$\text{上染率}=(1- A_nN_n/ A_0N_0)*100\%$$

A_n ——残液的吸光度;

A_0 ——空白染液的吸光度;

N_n ——残液的稀释倍数;

N_0 ——空白染液的稀释倍数。

[0029] 上述1-3检测值见下表:

检测对象	上染率(%)	羊毛纤维拉伸强力(cN)	手感
S1	91.32	9.82	III
S2	91.04	9.10	II
S3	92.57	10.23	II
S4	93.04	10.04	I
S5	94.36	9.93	I
S6	94.68	10.11	I
D1	75.24	12.33	IV
D2	84.56	9.87	II

实施例1中采用柠檬酸作为pH值调节剂,pH值不稳定,上染速率较慢。

[0030] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。