

中华人民共和国纺织工业部

纺织科学研究院

名 称 中国纺织工程学会后整理学术
讨论会论文集之二

总 号 _____ 分类号 _____ 密 别 _____

文 别 _____ 页 数 _____ 图张数 _____

收文日期 1993 年 月 日

* 中国纺织工程学会 *
* 后整理学术讨论会 *

论 文第21号

纯棉低甲醛耐久性压烫整理

单 位 作 者

山东省纺织科学研究所 杨秀华 孙岩

提 要

本文叙述了纯棉及高合棉量粗厚服装面料的设计与产品开发。并着重叙述用羟甲基丙烯酰胺（以下称羟胺或NMA）做耐久性压烫整理的工艺研究。实践证明，效果良好。

一九八七年十月十日

纯棉低甲醛耐久性压烫整理

山东纺织研究所 杨秀华 孙岩

摘 要

本文叙述了纯棉及高含棉量粗厚服装面料的设计与产品开发,并着重叙述用羟甲基丙烯酰胺(以下称羟胺或HMA)做耐久性压烫整理(Durable Press finishing)的工艺研究。实践证明,效果良好。

前 言

八十年代初,随着天然纤维热的兴起,在欧美、日本、香港等国家和地区广泛采用纯棉及高含棉量外衣面料制作时装、猎装、茄克衫等。这种服装优质高档、售价较高。在美国一套纯棉西服标价198美元,与纯毛相当。八四年以来,上海、江苏、山东等地区都开发了纯棉服装面料,但与国外产品相比,在风格、手感、回弹性、缩水等方面还有一定差距,特别缺乏新鲜感、时代感和高档感。为此,纺织部印染行业技术开发中心委托我们进行研究,要求在纺织、染整的统一设计加工上,力求达到国外八十年代的产品水平。现时服装面料的防缩、防皱处理已成了基本要求。随着人们对服装服用性能要求的不断提高,又提出了对整理织物游离甲醛释放的限制问题〔1〕,由此促进了对低甲醛及无甲醛整理研究的发展。降

低2D树脂整理织物游离甲醛的工作已取得一定效果。〔2·3〕其它如乙二醛、1·3——二甲基——4·5二羟基乙烯脒等无甲醛树脂及N—甲基丙烯酰胺类低甲醛树脂DP整理的应用研究也取得较大进展。在提高强力保留率、提高耐磨性能、提高干回弹性、减少吸氯泛黄、氯损方面效果明显〔4〕。

美国农业部南方地区研究中心用羟胺整理剂，非过氧化物〔4，4—偶氮双〔4—氨基戊酸〕〕引发剂，对纯棉产品进行DP整理，获得了较高的干回弹性和耐磨性能。在引用该项技术的基础上，我们根据国内现有条件，采用过氧化物引发催化系统，经过九个月的小样试验，选出了较为合理的工艺与配方，经五次批量试验，整理效果良好，且稳定，各项指标达到项目合同规定要求和国外八十年代文献资料所介绍的同类工艺的水平。本课题采用的树脂、配方和工艺方法适用于生产，现已试制共七种不同组织规格的产品近1万米，制做服装100多套，通过试穿、试销，受到了服装行业和消费者的欢迎与重视。

试 验 内 容

一 面料的筛选与研制

以下产品分别由青岛国棉三厂、六厂、八厂、济南帆布厂和淄博一棉提供。

1. 纯棉纬向弹性布 21×18; 147g/m²。

2. 纯棉蜂窝呢 $21/2 \times 21/2$ 36吋 $429g/M^2$ 。
3. 牛津花呢 $(45+45)/14$ 47吋。
4. 结纹呢 14×14 46.5吋
5. 纯棉巴厘马 $(7+21)/(7+21)$ 。
6. 高含棉量巴厘马 $(6+25)/(6+25)$
60吋 $233g/M^2$ 。
7. 奥隆呢 $(28+13)/(28+13)$ 61吋
其中3#经向为涤65/棉35, 纬向为100%棉。
6#25^S为涤65/棉35, 6^S为100%棉。
7#28#为涤65/棉35, 13^S为100%棉。

此外还用纯棉纱卡、平布、府绸、以及提花绉等作了对比试验。虽然在防缩、抗皱性能方面有较大提高。但并没给人们以新颖、高档感,而以上例举的几种研制产品却给人以挺括、美观的新颖感,制成服装更显高档。这几种织物立体感强,具有粗犷的风格,符合当前人们对外衣面料穿着的要求。但在服装试穿过程中发现蜂窝呢上装软沓,身骨较差,这是因为织物过于疏松造成的。又由于采用前焙烘工艺,服装边角部位的压烫性不佳,熨不倒、加之重量过重,给印染加工的烘干带来困难,不过蜂窝组织还是很受消费者欢迎的,为此,在不影响蜂窝立体感的前提下,通过改变密度、厚度和夹入少量涤/棉纱,产品的服用性能和外观皆有了较大提高,又显现出

独特的风格，很受消费者的欢迎。新研制的“奥隆呢”和高含棉量巴拿马织物经整理后，布面粒度清晰，弹性好，挺括，具有麻织物的风格，又不失棉织物的舒适性，这些产品的试制成功，证实了纺织设计对深加工产品的无比重要性。染整加工，则使产品的风格得到体现，起到了锦上添花的作用。

三 整理工艺小试与结果

<一>、试验条件：

1. 试验织物：30×40 纯棉府绸

100^S/2×100^S/2 细纺

21×18 弹性布等

2. 试验药剂：N-羟甲基丙烯酰胺、DMDHEU 乙二醛及各种催化剂、柔软剂等。

3. 试验设备：日本 DAILEI KAGAKU SELKL MFG. CO., LTD. 制 NM-450 型实验室用轧车；DK-SE 实验用针板拉幅焙烘机，最大加工幅宽 350 mm。

4. 测试项目：

1) 干湿回能性：按国标 GB 3819-83“纺织织物—以回复角表示折叠试样折痕回复性的测定”方法进行测试。采用山东省纺织科研所研制仪器“LFY-1 型织物回能仪”。急弹 15 秒，缓弹 5 分钟，加压 10 牛顿，时间 5 分钟。

2) 断裂强力: 按国标 GB 423 — T8 “印染布断裂强度和伸长试验方法” 进行测试。

3) 撕破强力: 按国标 GB 3919 — 83 “织物落锤法撕破强力试验方法” 进行测试。

4) 耐曲磨: 按美国 ASTM — D — 117 — 55Tb 关于 “Stoll 耐屈曲磨损性测试方法” 规定进行测试。

5) DP 级数: 按美国 AATCC 124 — 1967 关于 “家庭水洗洗可穿测试方法” 规定进行测试。

6) 缩水率: 按国标 GB 426 — 78 “印染布缩水率试验方法” 进行测试。

7) 吸氯、泛黄、氯损: 按日本 JIS L 1041 — 60 关于 “氯吸附性能试验测试方法” 规定进行测试。

(二) 试验内容与结果

1. 基本工艺与配方:

流程: 浸轧树脂液 (二浸二轧, 轧液率 75—80%) → 针板烘干 (温度 110℃ 2~6 分钟) → 焙烘 (150~155℃, 3 分钟) → 水洗 (70℃ 以下温水冲洗) → 烘干。

配方: NMA 树脂 (N-羟甲基丙烯酰胺) 10~15

过硫酸钾 0.1~1

柔软剂 2

表面活性剂

0.05~0.1%

乳液 pH

6~7

2 工艺试验:

据国外资料⁽⁴⁾⁽⁵⁾介绍羟胺整理所用引发剂以4·4-偶氮双(4-氨基戊酸)为好,过氧化物引发催化系统因对织物的强力及耐磨损失较大不予推广,限于国内试剂供应条件,首先在催化剂与整理条件方面作了筛选比较,并对过氧化物催化系统进行了重要的研究和改进,试验与结果如下:

1) 过硫酸钾不同用量试验对织物回能及强力的影响。

a、试验配方工艺

表 1

序号 用料 用量%	1	2	3	4
NMA(70%)	15	15	15	15
K ₂ S ₂ O ₈	0.1	0.25	0.5	1.00
PE	2	2	2	2
TX — 10	0.02	0.02	0.02	0.02
PH	7	7	7	6

工艺条件同基本工艺、试验用布: 30/40 纯棉府绸

b、整理织物测试结果

表 2

项目 序号	增重	断强保留率(%)		干回能(度)		湿回能(度)		断强保留率(%)	
	%	经	纬	急	缓	急	缓	经	纬
1-0		100	100	104	124	176	191	100	100
1-1	9.23	88	93	115	144	200	222	92	84
1-2	8.06	81	88	153	188	188	228	84	77
1-3	11.1	82	78	158	200	204	225	66	73
1-4	10.70	71	67	205	245	205	240	70	59

c、讨论：羟胺整理过程在织物上的反应分两步进行，聚合→交联。过硫酸钾在反应中起双重作用，予烘时起引发聚合作用。高温焙烘时释出 KHSO_4 具有催化交联作用，同时分介出硫酸。如果 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 用量过高，则织物的强力及耐磨损失较大，通过以上测试数据也可以看出：单独使用 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，用量比较高时，回能才有明显提高。然而同时也伴随着强力的明显下降，并且工作液的稳定性很差，2~3小时后即凝聚。

2) 不加引发剂，只加催化剂硝酸锌不同用量的试验：

硝酸锌是氨基甲醛树脂常用的催化剂之一。我们将它用于 NMA，并作条件试验：

a、试验配方及工艺：

表3

用料 用量(%)	序号	1	2	3	4
NMA(70%)		1.5	1.5	1.5	1.5
Zn(NO ₃) ₂		0.3	0.5	1	1.5
PE		2	2	2	2
TX-10		0.02	0.02	0.02	0.02

工艺条件
同基本工
艺。
试检用布：
同试验1)

b、整理织物测试结果：

见表4

表4

项目 序号	增重	干回能(度)		湿回能(度)		断强保留率(%)	
	(%)	急	缓	急	缓	经	纬
2-1	4.76	146	177	204	229	84	85
2-2	3.17	181	218	213	240	78	80
2-3	7.81	212	241	219	246	69	70
2-4	6.25	194	228	222	246	68	76
2-0		104	124	176	191	100	100

c、讨论：从试验结果看到： $Zn(NO_3)_2$ 用量在1%时干回能与 $K_2S_2O_8$ 1%用量时相同，但纬向的强力保留率却比 $K_2S_2O_8$ 的高10%，另外，单独用 $Zn(NO_3)_2$ 作催化剂，工作液的存放稳定性是很好的，可以设想，如果降低 $K_2S_2O_8$ 的用量，配以适量的催化剂，或许能够在提高织物的干回弹性的同时，减少强力损失。

3) 过硫酸钾、硝酸锌引发催化试验：

a、试验配方及工艺：

表5

序号 用料用量(%)	1	2	3	4
$K_2S_2O_8$	0.1	0.1	0.1	0.1
$Zn(NO_3)_2$	0.3	0.5	0.8	1.00

NMA 及其它助剂用量同(1)、(2)组试验，
工艺条件同基本工艺。

b、整理织物测试结果：

表6

项目 序号	增重	干回能(度)		湿回能(度)		断强保留率(%)	
	(%)	急	缓	急	缓	经	纬
3-0		85	116	157	171	100	100
3-1	10.2	206	243	215	249	74	82
3-2	10.6	227	259	211	238	72	30
3-3	10.2	237	274	210	236	78	72
3-4	10.9	238	273	216	244	74	62

c、讨论：当 $K_2S_2O_8$ 用量降至 0.1%， $Zn(NO_3)_2$ 用量在 0.5~0.8% 时干回能比未整理织物提高 140~160 度，强力保留率达 70~80%，比它们单独使用时的用量低效果好，因此混合使用效果明显，工作液稳定性提高。

4) H_2O_2 、硝酸锌引发催化试验。

a、试验配方及工艺

表 7

序号 用料 用量 %	1	2	3	4
$Zn(NO_3)_2$	0.5	0.5	0.6	0.5
H_2O_2	0.1	0.25	0.6	1.00

NMA 及其它助剂
用量同前，工艺
条件同基本工艺。

b、整理织物测试结果：

表 8

序号 项目	增重	干回能 (度)		湿回能 (度)		断强保留率 (%)	
	(%)	急	缓	急	缓	经	纬
4-0		108	136	160	169	100	100
4-1	6.67	215	254	205	225	76	76
4-2	7.95	200	240	207	233	84	81
4-3	8.05	192	229	216	240	83	67
4-3	8.05	202	234	207	230	80	69

c. 讨论: H_2O_2 与硝酸锌混合使用也能使织物的干回能有较大提高, 但用量过高, 回能反而降低, 强力保留率也随之降低。从织物整理后的增重数看, 不如 $K_2S_2O_8$ 增重大, 可以认为 H_2O_2 对树脂的引发聚合效果不如 $K_2S_2O_8$ 好, 但 H_2O_2 与硝酸锌混合使用的工作液是很稳定的, 放置几天也不会凝聚。

5) $K_2S_2O_8$ 、 H_2O_2 、 $(Zn(NO_3)_2)$ 混合引发催化试验

a. 试验配方及工艺

表9

工用 号号	用料	NMA	$K_2S_2O_8$	$Zn(NO_3)_2$	H_2O_2	PH	TX-10
19-8		15	0.05	0.5	0.1	2	0.02
32-2		15	0.1	0.5	0.1	2	0.02
30-6		15	0.1	0.5	0.2	2	0.02
32-3		15	0.1	0.5	0.5	2	0.02
25-1		15	0.2	0.5	0.8	2	0.02
12-2		15	0.25	0.5	0.8	2	0.02

b. 整理织物测试结果:

表 10

工 艺 号	项 目	干回能(%)		湿回能(%)		断强保留率(%)	
		总	经	总	经	经	纬
19-3		206	244	213	236	72	68
32-2		232	269	241	280	37	65
30-6		223	261	229	256	76	78
32-3		230	269	247	278	60	60
25-1		233	280	223	260	71	60
12-2		230	271	211	248	71	/

c. 讨论

双氧水在羟胺整理中能起到引发剂的作用, 添加适量 (2g/l) 的双氧水可以在保持整理效果不受影响的条件下, 使工作液稳定, 在室温 20℃ 放置 7 天小时不凝聚, 另外 H_2O_2 还能使某些染料在整理时色变减轻, 游离甲醛减少。

从催化剂的试验结果来看, NMA 150g/小时 $K_2S_2O_8$ 0.1g/l, $Zn(NO_3)_2$ 5g/l 整理浴能保持最佳的平衡

6) 工艺条件试验:

工艺条件试验包含的因素较多, 诸如预烘温度、时间、焙烘温度、时间等对强力、回弹性都有较大的影响, 所试工艺条件如下:

予烘温度: 80℃ 90℃ 110℃

时间: 1.5分 3分 6分

焙烘温度: 150℃ 160℃ 170℃

时间: 2分 3分 6分

综合织物的外观及内在质量的要求来看, 预烘温度110℃最为适宜, 提高焙烘温度, 有利于树脂与纤维的交联反应, 但同时纤维的氧化降解加剧, 泛黄严重, 因此焙烘温度不宜过高, 以150℃, 3分钟为宜。

7) 树脂整理工作液配方: 经筛选使用如下配方可使织物各项性能有较大提高, 并得以平衡。

NMA: 10~15

$K_2S_2O_8$: 0.1~0.5

H_2O_2 : 0.1~0.8

$Zn(NO_3)_2$: 0.5~1

柔软剂 PE: 2

表面活性剂: 0.1%

3. 与国外同类工艺比较:

1) 国外单独用过硫酸钾引发催化工艺整理效果:

据 S. P. ROWland^[5] 资料介绍, 过硫酸钾用量在 0.5—1% 时, 整理后织物的 DP 级别可比不整理的提高 2.5~2.8 级, 干回弹性比不整理的提高 95 度左右, 断裂强力保留率经向为 54~61%, 纬向无数据, 撕破强力保留率经向为 70~85%。

2) 用非过氧化物偶氮引发剂 4, 4' 偶氮双(4-氨基戊酸) 整理效果。

据 C. M. Welch^[4] 资料介绍采用偶氮引发剂, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 催化剂整理棉织物可使 DP 级别比不整理的提高 2.5 级左右, 干回弹性提高 110 度, 断裂强力保留率经向为 68%, 纬向无数据, 撕破强力保留率经向 71~80%, 纬向 60~65%。

3) 本课题试验的 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \cdot \text{H}_2\text{O}_2, \text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 混合引发催化工艺整理后棉织物 DP 级别提高 2.8~3.5 级, 干回弹性提高 130~150 度, 断裂强力保留率经向为 71%, 撕破强力保留率经向 105%, 纬向 84%, 其综合效果优于国外资料介绍的水平。

4. 与其它树脂的对比。

(1) NMA 与 2D 树脂对比试验及其结果:

- a、织物上可释放甲醛含量。
- b、断强、撕破、回能。
- c、吸氨、氨损、泛黄。

a. 织物上可释放甲醛含量:

表 1 1

序号	整理液配方(%)					处理方式	织物游离甲醛 (PPM)
	NMA	2D	K ₂ S ₂ O ₈	Zn(NO ₃) ₂	MgCl ₂		
1-1	12		0.1	0.5		焙烘不洗存放3个月	249
1-2	12		0.1	0.5		未焙烘不洗存放3个月	214
2	15		0.1	0.5		焙烘下机样	334~573
3	20		0.1	0.5		焙烘水洗下机样	0~3.5
4-1		25			4	焙烘不洗存放3个月	1358
4-2		25			4	未焙烘未洗存放3个月	5942

洗涤: 室温、皂液2%或温水50℃左右, 冲洗5分钟, 冷水冲洗烘干测试。

整理条件同基本工艺。

讨论: 从上表看出NMA与2D树脂烘干后(不焙烘)各自存放三个月, 织物上游离甲醛的释放量相差很大。2D为5942PPM比NMA的214PPM高出20多倍, NMA整理焙烘水洗之后, 织物上的可释放甲醛量降低到低甲醛整理水平。