

(保办)

* 中国纺织工程学会 *
* 后整理学术讨论会 *

论文 22号

STU

氨基 S

* 硅酮弹性体在纺织 *
* 产品上的开发应用研究 *

STU-1

STU-05 (P.8
P.10)

P.16

(含) P.23

单位:

作者:

山东省纺织科学研究所 刘学

青 岛 印 染 厂 孙立德 杨爱民

青 岛 第 四 印 染 厂 李晓梅

STU-1

STU-05 14502

P.23

提 要

山东5家,氨基整理

本文作者介绍了对于硅酮弹性体 STU 的一
系列应用对比试验情况,认为 STU 的使用
效果达到了国外八十年代同类产品的先进水
平,使用 STU,可以在较常规工艺低的成本
条件下,赋予涤纶(65/35)中长织物及纯
棉织物良好的整理效果。

一九八七年十月 日

5 { NBM SC-1 30 8% } 21p
VBC-1 25 8% }

2140 P.18

纺织

提 要

本文作者介绍了对于硅酮弹性体STU的一系列应用对比试验情况。认为STU的使用效果达到了国外八十年代同类产品的先进水平。使用STU，可以在较常规工艺低的成本条件下，赋予涤纶（65/35）中长织物及纯棉织物，良好的整理效果。

概 况

八〇年前后，国外在卫生、涂层、硅酮弹性体等后整理剂方面有了新的发展。由此开发出了一批具有高质量水平，高附加价值的纺织新产品。用进口新整理剂试制纺织新产品的方法，困难甚多。有的价格昂贵，条件苛刻，有的至今还不肯向我提供样品和出售商品。这些在经济效益和时间差方面构成的不利条件削弱了我们对外出口的竞争能力。从长远的观点来看，对于国内市场，也将无法抵御进口纺织品的冲击。国际上纺织技术的发展以及消费品的升级换代使我们面临着严峻的挑战。

1982年山东大学试制出了氨基改性硅酮弹性体乳液〔STU—1（2）〕作为硅酮弹性体后整理剂通过了^{测试}小鉴定。我们对其性能进行了测试，并做了应用工艺探讨，给予了肯定的评价。

此后，山东大学又相继研制出了STU—05、STU—06氨基改性硅酮弹性体乳液。

STU系列硅酮弹性体除了普遍改善织物的手感，赋予柔软。

清爽，优良的弹性之外，对试验织物还有各种不同的优良效果。

1、用于纯棉织物，在与 2D 树脂同^浴整理时，2D 用量只需 24 g/l，便可达到防缩抗皱整理要求，强力保留率高，成本低，织物上可释放甲醛量小。

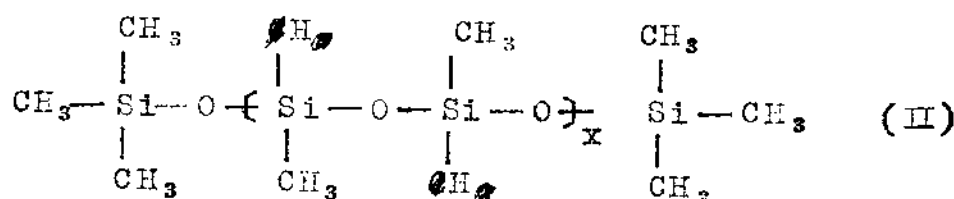
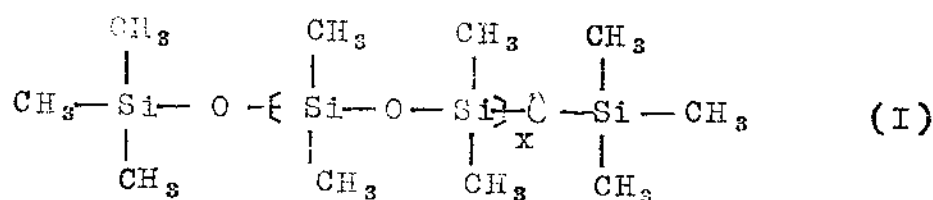
2、用于涤纶中长织物，也可以大幅度降低 2D 树脂的用量，织物的回能与缩水率能保持通常水平，而手感风格，成本和织物上可释放甲醛量，则可得到明显的改善。

3、用于纯棉针织品，可以获得良好的拉伸回复性。

从小试结果和各厂的生产试验以及产品开发的情况证实，硅酮弹性体 STU，对各种织物都有很好的整理效果，达到国外八十年代同类产品的先进水平。

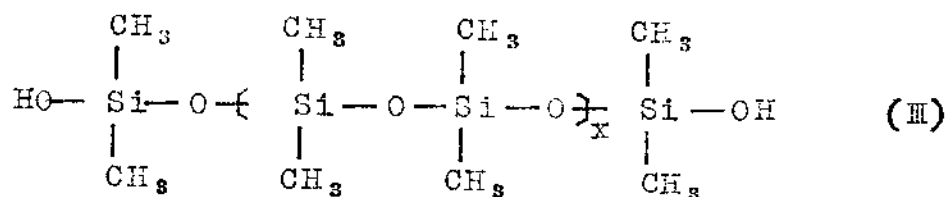
国内外硅酮弹性体的发展状况

在五十年代初，美国 DOW CORNING 公司首次成功地合成了用于纺织品后整理的有机硅，并取得了良好效果。自五十年代初至七十年代的二十多年中，尽管世界上有机硅织物整理剂品种繁多，但基本上是二甲苯硅油(I)和含氢硅油(II)(及其衍生物)的混合物，统称为硅油型产品，它们是采用本体聚合法聚合，然后乳化而成乳状

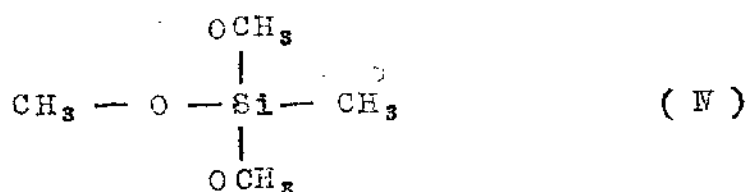


液。稳定性较差，这是第一代的有机硅织物整理剂。

1969年 Weyenberg 等人发表了硅氧烷乳液聚合法的研究报告，1972年 ROOKS R. J. 发表了乳液聚合的硅氧烷乳液在织物整理上的应用报告，1976年美国 DOW CORNING 公司公布了用乳液聚合法研制成功的 DC-1111 乳液及其在织物柔软整理方面的应用报告。这一用乳液聚合法生产的阴离子型乳液 (III) 性能较稳定，适应性强，耐皂洗牢度由 3~5 次提高至 15 次之多，它向永久性整理前进了一大步。α, ω-二羟基聚二甲基硅氧烷 (III) (俗称乳) 可以称之为有机硅织物整理剂的第二代产品。七九到八〇年间瑞士 Ciba-Geigy



公司研制成功并生产的硅酮弹性体 Ultrate XFS A 非离子型硅乳是其具有代表性的产品。分子量已达 20 万以上。这类产品，为取得较好的整理效果，一般需配套的甲基氢聚硅氧烷 (II) 或一甲基三甲氧基硅烷 (IV) 作交联剂，有机锡、有机锌等有机金属化合物作为催化剂。

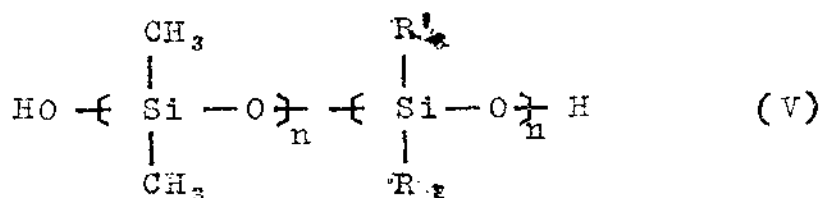


1977 年中国科学院北京化学所和北京化工二厂协作研制了阳离子氢乳 (QR—01) 并大量生产，这是我国第一个乳液聚合生产的有机硅织物整理剂乳液。近几年国内各家生产的氢乳型号很多，有阳离子型的、阴离子型的。1985 年上海已从瑞士 Ciba—Geigy 公司引进了 Ultratex FSA 的生产技术。

近几年来，国外还相继开发生产了一大批改性的有机硅弹性体它是通过在大分子上引入了一些活性基团来实现的，如引入环氧基、氨基、环氧氨基等。引入环氧基的有日本日华公司的非离子型 HIKKA EP—1000，阳离子型的 EPC—812 等，环氧氨基改性的有日华公司的 EPN—352，氨基改性的有美国 DOW CORNING 公司的 DC—108 和 SM—8709 (原日本东丽公司的)，日本信越有机硅化学公司的 Polon MF—11B，瑞士 Ciba—Geigy 公司

1. Ultratex FSB, Ultratex ESC 和 Ultratex ESU,
 2. Ultratex FSB 和 Ultratex ESU 无需交联剂、催化剂,
 可自行交联成膜。

在国内, 山东大学 1982 年研制成功的 STU-1 (阴离子型), STU-2 (阳离子型) (V) 是氨基改性的硅酮弹性体。



其中, $\text{R} = -\text{OH}$, $-\text{OR}$, $\text{R}' = \text{氨基烷基}$

经过改性的硅酮弹性体都带有活性基团, 反应性好, 能改善耐久性, 而且引入氨基, 在酸性溶液中大分子呈阳离子性, 对纤维素具有亲和性, 提高整理效果。

另外, 区别于以往的有机硅整理剂, STU 氨基型硅酮弹性体乳液, 自身带有催化交联体系, 它本身已包含了交联所必要的所有组分, 是一种“单组分体系”。在室温下将水份挥发即可自行交联而成弹性膜, 不需外加催化剂与交联剂。

这类新型的硅酮弹性体可有效改善针织及机织弹性织物的拉伸性、形态回复性。使织物具有特殊的回弹性能, 非常柔软、光滑而丰满的手感, 增强织物的抗皱性, 使其具有较佳的免烫效果, 还给予织物优良的缝纫性, 耐洗, 耐干洗性, 另外, 经处理后的织物

通常在色泽上都较深及较为光亮。

通过实验证明，STU 与国外八十年代同类产品的水平相当。它广泛地适用于各类织物及各种纤维材料，是一种高档的纺织品后整理剂。

试 验

一、小样试验与结果

主要织物整理剂：

STU—1（阴离子型）含固量20%，PH = 2~3。

（济南石油化工四厂）

STU—05（阴离子型）含固量20% pH = 2~3。

STU—06（阳离子型）含固量20% pH = 9~10。

（山东大学校办工厂）

Ultratex FSB（非离子型）含固量30% pH = 5。

Ultratex ESU（阳离子型）含固量30% pH = ~3.5

Ultratex ESC（阳离子型）含固量30% pH = ~10

（瑞士 Ciba—Geigy 公司）

NEMSi — 1 含固量20% pH = 6~6.5

NBC--1 含固量~33% pH = 6.5

（部纺科院宁波化工所）。

2 D 树脂 (DMDHEU) 含固量 40% pH=8~10。

(青岛印染厂)

试验用织物:

- 1、经过染色的涤粘中长华达呢。
- 2、经退浆、煮练、漂白、丝光的 30×40 纯棉府绸。
- 3、经前处理并增白的 32^s T~~6~~K 针织纯棉 668 罗纹弹力布。

小样试验设备:

NM—450 型小轧车, DK—5E 型针板拉幅, 焙烘试验机。

小样试验结果:

- 1、涤粘中长华达呢。

①硅酮弹性体与 2 D 树脂同浴使用。

工艺流程及条件:

浸轧工作液 (室温, 二浸二轧, 2 Kg/cm²)

→烘干 (100℃) →焙烘 (170℃, 3分)。

单位 g/l

处方号 整理剂			1	2	3	4	5	6	7
STU—1			40						空白
STU—05				40					
FBB					27				
ESU						27			
ESC							27		
Phobotone WS conc							2.7		
Ultratex Cat. W							2.7		
平平加O			2	2					
2D(40%)			75	75	75	75	75	75	
MgCl ₂ ·6H ₂ O			8	8	8	8	8	8	
HAC 或 Na ₂ CO ₃ 调 pH 值			5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	
项目 处方号			1	2	3	4	5	6	0
洗前	干回 能度	急	280	247	267	274	289	224	237
		缓	310	280	295	301	319	260	265
	湿回 能度	急	259	239	251	256	259	232	225
		缓	280	258	269	282	284	261	243
水洗十次后	干回 能度	总	243	234	230	247	249	237	223
		缓	273	272	259	275	276	271	252
	湿回 能度	急	222	226	240	230	237	236	218
		缓	241	243	264	252	261	259	241
手 感			++++	+++	+++	++++	++++		

注：表中硅酮弹性体用量不一是由于含固量不同，按含固量计用量均为 8 g/l。

从上述结果可以看出，STU—1 与 Ultratex ESC，Ultratex ESU 可赋予织物最佳的手感，且其整理效果相当，均具有 300 度以上的干回能，达到了较佳的仿毛效果。

2) 硅酮弹性体单独使用。

工艺流程及条件。

同上。

单位: g / l

处号方			1	2	3	4	5	6	
整理剂									
STU—1			40					空白	
STU—05				40					
FSB					27				
ESU						27			
ESC							27		
Phobotone WS conc							2.7		
Ultratex Cat W							2.7		
HAC或Na ₂ CO ₃ 调pH值			5~6	5~6	5~6	5~6	5~6		
处方号			1	2	3	4	5	6	
项目									
洗 前	干回 能(度)	急	249	222	239	253	236	220	
		缓	235	263	279	292	276	250	
	湿回 能(度)	急	237	225	233	248	237	213	
		缓	267	250	257	275	271	244	
水 洗 十 次 后	干回 能(度)	急	254	242	236	251	233	221	
		缓	288	277	266	280	269	252	
	湿回 能(度)	急	231	225	230	234	221	227	
		缓	253	246	256	261	249	252	
手感			++++	+++	+++	++++	++++		

从上述结果看：STU—1的干回能指标，在洗前低于Ultratex，而水洗十次后的干回能高于Ultratex ESU。湿回能指标略低于Ultratex ESC。总起来说，单独使用时，STU—1接近Ultratex ESU的水平，高于Ultratex ESC、Ultratex FSB，可使织物的干回能提高35度。

2、纯棉30×40府绸。

硅酮弹性体与2D同浴使用。

工艺流程及条件。

浸轧工作液（室温，二浸二轧，2.5 Kg/cm²）。

→烘干（100℃）→焙烘（170℃，3分）

整理剂			处方号							
			1	2	3	4	5	6	7	8
STU—1			40							空白
STU—2				40						
STU—06					40					
FSB						27				
ESU							27			
ESC								27		
Phobotone WS conc								2.7		
Ultratex catw								2.7		
平平加O			2							
2D(40%)			60	60	60	60	60	60	60	
MgCl ₂ 6H ₂ O			6	6	6	6	6	6	6	
HAC 或 Na ₂ CO ₃ 调 pH 值			5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	
项目			处方号							
			1	2	3	4	5	6	7	8
洗前	干回 能度	急	192	167	193	194	195	176	171	109
		缓	224	198	224	224	220	210	200	133
	湿回 能度	急	195	137	201	212	205	217	202	166
		缓	225	224	227	244	234	239	225	183
洗前	强力 (KG)	急	45.0	43.5	42.3	45.0	40.5	42.0	51.3	63.3
		缓	16.0	16.5	13.3	13.8	15.0	14.0	17.3	23.6
水洗十次后	干回 能度	急	177	152	177	164	146	166	161	106
		缓	205	179	207	192	173	198	189	127
	湿回 能度	急	237	218	218	216	208	224	222	188
		缓	262	245	250	235	236	255	249	213
手 感			++++	++++	++++	++++	++++	++++		

纯棉织物树脂整理，回能与强力是一对矛盾，2 D树脂价廉，织物固能可以做到 D M E U 的水平，但强力保留率低于 60%，因此无法使用，降低 2 D 树脂用量，并与硅酮弹性体同浴整理织物的回能和强力保留率达到了正常要求。

从实验结果看，二者同浴，2 D 树脂的用量在 24 g/1 时，织物的弹性、强力、手感、白度、耐洗性以及织物上可释放甲醛量等都达到了满意的结果。

硅酮弹性体的这一特殊使用效果，到目前为止，尚为其他整理剂所不及。

与国外同类产品相比，S T U—1 的各项指标均处在中上水平它的综合效果相当于 Ultratex ESU 及 Ultratex F S B。

3、32³ T K 针织纯棉 668 罗纹弹力布；

硅酮弹性体单独使用：

工艺流程及条件

浸轧工作液（室温，二浸二轧，2 Kg/cm²）→烘干（100℃）
→焙烘（150℃，3分），

处 方	1	2	3	4	5	6	7	8
STU — 1 (g/l)	50							空白
STU — 2 (g/l)		50						
STU — 06 (g/l)			50					
Ultratex ESU(g/l)				33				
Ultratex ESB(g/l)					33			
Ultratex ESC(g/l)						33		
phobotone WSeonc (g/l)						33		
Ultratex Cat W (g/l)						3.3		
NMBMSi-1 (g/l)							30	
NBC-1 (g/l)							25	
拉伸力保留率	76%	80.5%	81%	83.5%	75%	80%	73.5%	74%
白度优劣次序	②	⑤	④	⑥	②	③	⑦	①
手感	++++	++++	+++	+++	+++	++++	+++	

从试验结果可以看出：Ultratex ESU 虽然拉伸回弹性指标较好，但白度较差。从其他几个样品看^内国外的硅酮弹性体，在这方面的应用效果是相当的，均可赋予针织物或弹性机织物以出众的拉伸回复性。这一点对于针织运动衫，特别是比赛服，尤为适用。这样既可保证运动自如，还能做到膝盖，臀部等部位在剧烈活动时不会因弹性疲劳而出现松弛状态。影响比赛成绩。并且整理后的产品风格也是非常受欢迎的。

通过小样对比试验，STU—1 的整理效果达到了国外同类产品的先进水平，具体水平分指标顺位如下表：

样 品			STU-1	Ultra- tex FSB	Ultratex ESU	Ultratex ESC
项 目						
中 长 织 物	弹性	单用	2	4	3	1
		与 2D混	2	3	1	4
	手 感	单用	++++	+++	++++	++++
		与 2D混	++++	+++	++++	++++
棉 布		弹性	2	2	1	3
		强力	2	1	3	4
针织	拉伸回复		3	4	1	2
	白 度		1	2	4	3
顺位计分			1 2	1 6	1 3	1 7

二、大样试验与结果

1、在漆粘 65/35 中长华达呢上的应用试验。

设备采用西德 BABCOCK 公司与 HAAC 配套的三单元树脂整理机。

工艺条件：

浸轧→短环烘燥→热风拉幅→落布→长环焙烘→落布→高效水洗→短环烘燥→热风拉幅→落布→碾呢→落布。

用料 \ 用 量 g / 1 \ 编 号	1	2	3	4	5 生产配方
Ultratex ESU	20				
Ultratex FSB		20			
STU — 05			30		
STU — 1				30	
DH					20
2D (40%)	70	70	70	70	140
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	12	12	12	12	NH_4Cl 13/L
$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$					19.2
平平加 O			2	2	

注：硅酮弹性体用量均以含固量 3 g / 1 %。