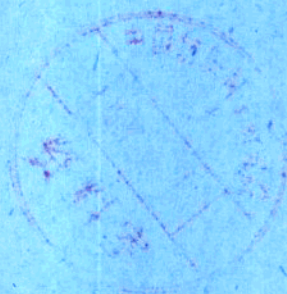


7519

内 部 资 料  
仅 供 系 统 内 使 用

纺织工艺技术专题文献选编

# 纺织染整助剂及其应用



四川省纺织厅科技情报中心站

一九九七年六月

4096



中纺院图书馆ZL0119

# 目 录

## 一、染色印花助剂

低泡高效渗透剂XQ-998的应用	1
新型高效渗透剂LJ-114	4
高效精练剂RD-CT的性能及应用	6
高效精练剂AH-50	8
用低纯度IPA合成涤纶染色改性剂SIPM	6
纤维改性剂DW-301 加深活性染料染色工艺	12
多官能团纤维素纤维改性剂EPTA的应用	14
非硅氧漂稳定剂ZFW-4的特性和应用	15
双氧水漂白稳定剂GW-108的应用	21
国产最新无甲醛固色剂的使用比较	23
酸性染料固色剂种类及应用	25
中性固色剂NF在分散/活性-浴热溶染色中的应用	27
增稠剂PR在活性染料印花上的应用	30
合成增稠剂在活性染料印花中的应用	31
合成增原剂SG-T在涂料印花中的应用	34
涤纶匀染剂SL在涤纶和细旦纤维织物染色中的应和	37
涤纶高温匀染剂	40
活性染料匀染剂的性能	43
加深剂R用于活性染料冷轧堆染色	46
匀染加深剂SF在涤棉、涤粘织物染色中的应用	46
匀染修补剂NA-H在涤纶产品染色中的应用	49
GN低温自交联型涂料印花粘合剂	51
涂料染色粘合剂WXD的研制及工艺研究	53
三元乙丙橡胶植绒粘合剂合成和应用	57
常用拔染剂的基本性能研究	60
纯涤纶织物拔染助剂的应用	64

## 二、织物后整理剂

超细纤维后整理剂	67
新型有机硅织物整理剂应用介绍	74
有机硅柔软剂的现状与发展	76
超稳定性有机硅乳液织物整理剂	79
氨基聚硅酮柔软剂结构与性能	81
有机硅柔软剂NTF-1在织物后整理上的应用	86
羊绒超级柔滑剂的结构与性能	86
聚乙烯乳液柔软剂	95
CS-615 固体柔软剂	99
高稳定性硅型织物防雨剂GWC-F的应用	101
无醛耐久定形整理剂BTCA的应用	104
鲜艳夺目的荧光增白剂	107
道康宁5700抗微生物处理剂	109
织物卫生整理剂的发展趋势	113
CSR易去污整理剂的应用	115

# 低泡高效渗透剂 XQ-998 的应用

## 1 前言

现代纺织工业的技术进步,推进了纤维纱线由一般机纺改为高速精纺,纺线内纤维捻结紧密、外表精细,赋予织品良好的质感。同时也给印染工艺的色料渗透提出了新的课题。

近几年,我国的一些纺织印染企业与国外同行技术交流甚多,也引进了不少高性能的印染助剂新品种,高效低温渗透剂 GC-60 即是其中之一。用户普遍反映,该渗透剂应用效果良好,具有渗透快、泡沫少,室温下使用,节能方便等多重功能。由于价格太高,难以推广使用。针对这一现状,我们进行了这方面的研究开发,以适应市场需求。

## 2 主要功能成分的确定与合成

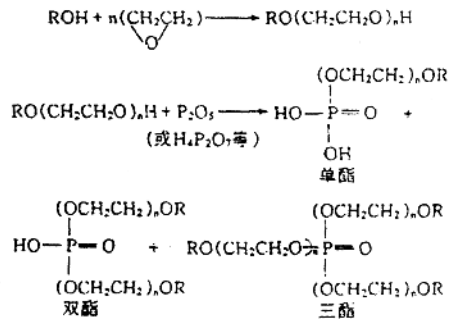
根据市场调研和取样分析,我们以 GC-60 为参照样,确定研制的低泡高效渗透剂的主要功能成分为烷基醇聚氧乙烯醚磷酸单酯(简称为醇醚磷酸酯)。

醇醚磷酸酯是由烷基醇聚氧乙烯醚经磷酸酯化得到的一种阴非离子型表面活性剂。

这种表面活性剂过去应用很少,近期才引起人们的重视。它具有良好的润湿性、去污性,泡沫低,在酸碱溶液中稳定,热稳定性好,能很好地与其它组分相配伍。国内目前还处于研究试生产阶段<sup>[1]</sup>。

### 2.1 化学反应原理

醇醚磷酸酯的合成,是将合适的烷基醇作为憎水基,先用环氧乙烷进行聚氧乙烯化制成醚类非离子型表面活性剂,再用磷酸化试剂(如  $P_2O_5$ 、 $H_3P_2O_7$ )酯化,而后水解、中和而得。



### 2.2 憎水基及环氧乙烷聚合度的选择

依据表面活性剂的表面活性与其憎水基碳链结构的一般规律,  $C_6 \sim C_8$  链长的表面活

剂具有良好的湿润性、渗透力,  $C_{10} \sim C_{14}$  链长的表面活性剂具有优异的去污力, 适宜作洗涤剂, 而  $C_{16} \sim C_{20}$  链长的表面活性剂则具有良好的乳化性, 多用来制作乳化剂、柔软剂; 其链型结构方面, 则是支链比直链具有更好的湿润与洗涤性能。对于聚氧乙烯醚类表面活性剂, 当环氧乙烷的聚合度( $n$ )约为其憎水基的碳数( $C$ )的半数(即  $n = C/2$ )时, 就具有适当的渗透性和湿润性, 当  $n > C/2$  时, 湿润性增加而渗透力降低, 当  $n < C/2$  时, 湿润性和渗透力均降低<sup>[2]</sup>。结合对进口高效渗透剂的剖析结果, 我们确定进行磷酸酯化的反应底物为 2-乙基己醇聚氧乙烯醚-3(代号 8-S-3)。

### 2.3 磷酸酯化工艺的研究

为了使产物中含有尽可能多的单酯, 经过对几种常用的磷酸化试剂  $P_2O_5$ 、 $PCl_5$ 、 $POCl_3$ 、 $H_4P_2O_7$  等进行试验筛选, 选定  $H_4P_2O_7$  为酯化试剂, 合成工艺如下:

先向反应釜内投加 8-S-3, 边搅拌边升温至  $50^\circ\text{C}$ , 再将配比量的  $H_4P_2O_7$  以滴(细流)加方式缓缓加入, 约半小时加完, 继续升温至反应温度, 维持反应 1.5~3h 后, 降温至  $50^\circ\text{C}$ , 加入约 8% 的去离子水, 搅拌水解半小时, 使其中的聚磷酸酯转变为单酯, 再用约 5% 的三乙醇胺中和, 出料, 测其中单酯、双酯和三酯的含量。

我们选取醚酸比、反应温度、反应时间为试验方案的三个因素, 进行正交设计。

表 1 磷酸酯化工艺试验正交表  $L_3(3^1)$

水平	A 醚酸比 (mol)	B 温度 ( $^\circ\text{C}$ )	C 时间 (h)
1	1:1.2	$55 \pm 5$	1.5
2	1:1	$75 \pm 5$	2
3	1:0.8	$95 \pm 5$	3

以产物中单酯与多酯(包括双酯和三酯)的含量相对比值为目标函数, 对正交试验结果进行数据处理, 得到其影响因素的显著性

排序为:  $A > B > C$ , 较优的工艺条件组合是  $A_2B_3C_2$ 。为了改善产品颜色, 将反应温度降低  $10^\circ\text{C}$ , 即最终选取的优化工艺条件为:

醚酸比(mol)	1:1
反应温度( $^\circ\text{C}$ )	$85 \pm 5$
反应时间(h)	2

按照上述给定的优化工艺进行多次重复试验, 产物中单多酯比例基本稳定在 90/9.2 左右。产品为淡黄色粘稠透明液体, 在冷水中溶解性好, 用纱线沉降法测得其渗透力为 5~7s, 用罗氏法测得其泡沫力为: 初始时 50 mm, 30s 时为 0。

## 3 配方研究

### 3.1 配方设计原则

现代印染工业对渗透剂的要求是: (1) 能耐硬水及碱; (2) 渗透力强, 能缩短工时; (3) 经其处理后的织物毛细管效应改进显著<sup>[2]</sup>。另外还要求起泡力低, 能减少色料飞沫损失和沫迹斑点, 适宜在室温下使用, 能降低能耗, 改善操作环境。要同时满足这些多重功能的要求, 仅仅依靠某种单一成分是难以达到的, 因此, 我们选用多种活性物进行复配, 利用各组分的协同效应来达到多功能效果。

### 3.2 原料选择

在选择前述 2-乙基己醇聚氧乙烯醚-3 磷酸单酯(D)为渗透剂主要功能成分的基础上, 配以抑泡力强、稳定性好的非离子型表面活性剂(E)和溶剂(F), 进一步强化渗透剂的低泡性, 添加少量磺酸盐型阴离子表面活性剂(G)增加去污力, 助剂(H)提高其对钙镁离子的容耐能力和低温溶解性。

### 3.3 配方试验

表 2 渗透剂配方试验正交表  $L_{18}(2^2 \times 3^3)$  (wt %)

水平	D	E	F	G	H
1	14	11	5	3	4
2	25	7	10	5	2
3	36	9	8		

注: 表中水平序次系随机排列得到

配方的筛选确定,不仅要注重产品的使用效果,而且要考虑成品的存贮稳定性和工作液的耐用稳定性等,为此,我们将上述五种原料作为因素,进行了正交设计(表2)。

以各点配方试验样品的渗透力、泡沫力为目标函数进行数学处理,得出各因素的主次排序为D>E>F>G>H,较优的配方水平为:D<sub>3</sub>E<sub>3</sub>F<sub>3</sub>G<sub>2</sub>H<sub>2</sub>,考虑到产品的外观稠度,最后调整该优化配方为:

2-乙基己醇聚氧乙烯醚磷酸单酯(%)	35
非离子型表面活性剂(%)	8
溶剂(%)	8
磺酸盐型表面活性剂(%)	5
助剂(%)	2
去离子水	余量

## 4 应用试验

### 4.1 产品技术指标

外观	乳白色粘稠液体
含固量(%)	20±2
pH值(1%水溶液)	4.0~7.0
渗透力(纱线沉降法, s)	6~8

### 4.2 应用性能测试

表3 渗透剂应用性能对比

测试项目	XQ-998	GC-60	JFC
水溶解度(g/100)	>120	>120	80
渗透力 <sup>1)</sup> (s)	6.5	6.3	22.6
泡沫力 <sup>2)</sup> (mm)			
初始时	51	50	50
30s时	2	3	14
稳成品贮存(d)	>360	>360	>360
耐温60℃(h)	8	6.5	48℃时 混浊
定耐碱pH10	无沉淀、 混浊现象	无沉淀、 混浊现象	无沉淀、 混浊现象
性耐Ca <sup>2+</sup> 、Mg <sup>2+</sup> (mg/L)	200	200	150

注:1)测试方法及条件:纱线沉降法,1% aq, 25℃

2)测试方法及条件:国家标准 GB 7462-87 改进罗氏法,1% aq, 25℃

用本渗透剂与GC-60及JFC渗透剂对照进行应用性能测试试验,结果见表3。

### 4.3 在牛仔布印染工艺中的应用

我们先后将小试样品及批量生产的XQ-998产品15吨提供给湖南恒宝染织有限公司、湖南三星纺织印染有限公司等企业,用于靛蓝、丝光黑,硫化染色牛仔布的经线染色,规格品种有83.3×83.3、83.3×97.2、97.2×97.2、83.3×58.3tex等,共加工生产了500万米牛仔布,渗透处理采用辊筒浸轧法,室温操作,渗透剂使用浓度为5%~7%,渗透处理过的纱线直接运行进入染液槽轧染,渗透及染色处理的在浴时间均为0.5s。

从使用结果来看:XQ-998渗透剂对靛蓝、丝光黑染料在牛仔布经线上的着色加深10%~20%,从剪取的线样端面可见色料完全渗透至纱线的中心;浴槽液面泡沫少,没有飞沫及线面附沫现象,减少了色料损失、环境污染及色斑疵病;消除了织成品存放过程中的泛红问题;室温操作减少了蒸汽耗量,改善了工人的操作环境,万米用量为30kg左右,降低了生产成本。用户一致认为,XQ-998渗透剂的综合性能大大优于国产的JFC和5881-D等,达到进口高效渗透剂GC-60的水平,深受技术人员和操作工人的欢迎。

## 5 结论

低泡高效渗透剂是根据国内印染工业的急需研制的。其主要功能成分的选择合理,合成工艺可行。该渗透剂泡沫力低,渗透性优异,具有染色加深效果,节约染料。使用它可以节省蒸汽耗量,改善操作环境,并彻底消除了牛仔布的泛红问题,完全可以取代进口产品,具有很好的经济效益和应用前景。



# 新型高效渗透剂

**〔摘要〕** 本文主要介绍了脂肪醇磷酸酯的合成方法,及其与渗透剂JFC的复配比例,并对复配物LJ-114的性能进行了分析探讨。

渗透剂是指那些能使某种液体迅速而均匀地渗透到织物内部的表面活性剂。随着纺织印染工业的发展,人们已愈来愈重视表面活性剂的研制工作,渗透剂的性能不仅直接影响着纺织印染工业的生产效率,而且对产品的质量也有很大影响。目前工业上所用的渗透剂主要有渗透剂JFC、FB等,这些渗透剂有共同缺点,即在碱性条件下渗透效果很差。但在纤维素纤维及混纺织物印染加工中,有很多工序是在碱性中进行的。为此,我们从阴离子型表面活性剂适宜在碱性条件下应用这一理论依据出发,首先对磷酸酯类渗透剂进行开发,并在此基础上,用非离子型渗透剂与其复配,以使其具有广泛的pH值适用范围。

磷酸正辛醇酯盐是一种磷酸酯类表面活性剂,这类表面活性剂具有润湿、乳化、分散、净洗、螯合、增溶等多种优良特性,另外还有低毒、低腐蚀性等特点,与传统的阴离子、非离子、两性表面活性剂相比,它还具有下列优点:

- ①配伍性好。在各种液体中,与阴离子、非离子、两性离子都能很好地配伍。
- ②在酸、碱溶液中稳定性好,在碱性条件下易溶且稳定不分层、不沉淀。
- ③耐温性能优良。在较大温度范围内比较稳定,且耐硬水性能较好。

由于磷酸酯类表面活性剂的成本较磺酸酯类等其它阴离子型表面活性剂要高,人们在70年代以前一直没对它加以开发,70年

代后也只是将它作为柔软剂来应用,在渗透剂方面的应用很少。然而磷酸酯优良独特的性能特征,是其它类型表面活性剂所不能取代的。近年来,助剂工作者纷纷对它加以开发。经过我们的反复实验,证明它可以作为一类优良的渗透剂来研制并应用。

## 1 渗透剂LJ-114的制备

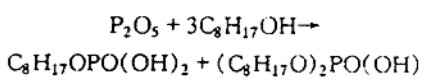
该渗透剂制备方法:先用磷酸化试剂酯化正辛醇,再用中和剂中和制得磷酸正辛醇酯盐,然后用渗透剂JFC与其按一定的比例复配而得。

### 1.1 磷酸正辛醇酯的合成

1.1.1 磷酸化试剂的选择:脂肪醇的磷酸化试剂有五氧化二磷、焦磷酸、三氯氧磷、三氯化磷。我们在研制过程中选用五氧化二磷作磷酸化试剂。

1.1.2 合成方法:在配有搅拌器、冷凝器、温度计的反应釜中加入正辛醇,加热至40℃时,缓慢加入五氧化二磷。正辛醇与五氧化二磷的摩尔比为3:1。加入后调整体系温度至65℃,在此条件下恒温搅拌6小时。

反应式:



### 1.1.3 工艺分析

①五氧化二磷与正辛醇的摩尔比及含水量直接影响生成物的组份。当 $P_2O_5 : C_8H_{17}OH = 1:3$ (mol),无水条件下,可得到等摩尔比的磷酸单酯和磷酸双酯的酯混合物。

②由于该合成反应为放热反应,在考虑原料醇的沸点及纯度的情况下,应尽可能在较低的温度下进行。若温度过高,反应生成的热不能及时扩散,会发生脱水反应,生成烯烃(这时反应液呈红色、黄色等色泽);但温度太低,使反应速率过低,反应不能顺利进行。

因此,应将温度控制在 60~70℃,此时,合成产品为无色粘稠液体。

③合成时间也是影响反应的因素之一。时间太短,反应不完全;时间太长,又影响产物组份,使产品渗透性能降低。经实验证明,合成时间应以 6 小时为宜。

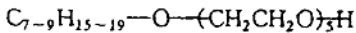
### 1.2 中和磷酸正辛醇酯

磷酸单酯和磷酸双酯都是酸性酯, pH 值通常在 1.5~2.5 范围内,在水中的溶解性不好。为此,我们将磷酸酯用适当的碱剂中和为磷酸酯盐来使用。选用的中和剂为 36° Bé 烧碱溶液。

中和应尽量在低温下进行,所用设备与合成时设备相同。中和时,一边滴加 36° Bé NaOH 溶液,一边搅拌,直到体系 pH = 7 时即可。

### 1.3 磷酸正辛醇酯钠盐与渗透剂 JFC 的复配

渗透剂 JFC 是脂肪醇聚氧乙烯醚的典型产品,是脂肪醇与环氧乙烷的缩合物,结构式为:



它是淡黄色的粘稠液体,呈中性,易溶于水,1% 水溶液浊点为 40~50℃,耐酸、碱、硬水、次氯酸盐及重金属盐等。其用途也很广泛,织物在漂、染、印、整等多道工序中,常用 JFC 增强渗透。但是,它存在一个很大的缺点:在高温条件下尤其是强碱中渗透性能很差。为改善这一不足,我们用磷酸正辛醇酯钠盐与之复配。

经实验得出,渗透剂 JFC 与磷酸正辛醇酯钠盐的最佳复配比为 1:1,即只要取等量的磷酸正辛醇酯钠盐与渗透剂 JFC 混合,调配成复配液即可使用。这种复配液就是渗透剂 LJ-114。

### 2 渗透剂 LJ-114 的性能分析

采用帆布沉淀法(即将大小、重量完全相同的帆布圆片放入一定浓度的助剂溶液中,帆布被溶液润湿增重而下沉,记录它们从接触液面到沉降所需的时间)对复配液 LJ-

114 进行渗透性能检测,并在不同的介质和温度下,将它与渗透剂 JFC、磷酸正辛醇酯钠盐进行比较;结果见下表:(其中所记录的时间为帆布完全被润湿所用的时间)

介质	温度 ℃	润湿时间(s)		
		渗透剂 JFC	渗透... LJ-114	磷酸正辛 醇酯钠盐
中 性 pH = 7	20	32	18	1418
	60	104	35	1261
	90	166	608	不润湿
强 酸 pH = 1 5% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20	47	115	1805
	60	394	11	不润湿
	90	158	37	不润湿
强 碱 pH = 11 25% NaOH	20	984	119	82
	60	1981	510	93
	90	2064	247	76

帆布剪为直径 35cm 的圆片  
渗透剂的有效浓度为 0.1%

由表中数据可以看出:在中性、强酸、强碱这三种介质的不同温度下,渗透剂 LJ-114 的渗透性能几乎都优于渗透剂 JFC,尤其在强碱介质中,渗透性能的增强更为明显;与磷酸正辛醇酯钠盐相比,渗透剂 LJ-114 的渗透性能显然在强碱介质中略次之,但在中性和酸性条件下,渗透性能却大为提高,即渗透剂 LJ-114 具有比磷酸正辛醇酯钠盐更广泛的 pH 值适用范围。

### 3 结论

经过复配得到的新型渗透剂 LJ-114,兼具了磷酸正辛醇酯钠盐与渗透剂 JFC 各自的优点,在广泛的 pH 值和温度范围内,尤其是在强碱中,都具有良好的渗透性能,在纺织及印染加工中,用这种新型渗透剂来取代渗透剂 JFC,对于改善产品质量、提高经济效益等都具有非常重要的意义。

# 高效精练剂RD—CT的性能及应用

## 1 前言

棉及含棉织物,因棉纤维上天然杂质及浆料等人为杂质影响染整加工,所以必须通过练漂前处理加以去除。练漂工艺中,不论是传统的退浆、煮练、漂白三步法工艺,还是退浆、漂白二步法工艺,退浆漂一步法工艺,以及冷轧堆前处理短流程工艺等,均要采用相应的高效精练剂,以确保练漂质量。而冷轧堆工艺因其设备投资少,节约能源,产品质量好而大受欢迎,但该工艺对精练剂要求较高,除要求有好的综合精练性能外,在耐碱方面要求达到耐60g/l以上的NaOH溶液。

多功能耐碱高效精练剂RD—CT是宁波保税区荣大实业有限公司最新推出的多功能精练剂,推荐用作棉、麻织物各种前处理精练工艺,成衣染色精练工艺,涤仿丝、真丝精练工艺等场合的精练。特别针对冷轧堆前处理工艺中加工温度低(室温)、烧碱浓度高(45~60g/l)、加工时间长(堆置20~24小时)的特点,突出其优异的耐碱性以及优异的渗透、净洗、乳化、分散、抗重新沾污等综合性能,使其不仅适合冷轧堆工艺,而且也适合不同的前处理工艺,并可作为洗涤剂、渗透剂使用。经生产使用表明:RD—CT适用范围广、性能优、效果好,是一只高效精练剂。

## 2 RD—CT性状

- 2.1 外观:透明淡黄液体。
- 2.2 化学组成:特殊阴、非离子表面活性剂及增效剂组成。
- 2.3 pH值:7.5~8.5。
- 2.4 水溶性:易溶于冷、热水。
- 2.5 稳定性:耐酸、碱和硬水,耐碱性尤佳。
- 2.6 贮存期:一年。

## 3 RD—CT性能测试

- 3.1 浊点:经测试,1%RD—CT浊点大于100℃。
- 3.2 渗透性:0.1%溶液,用纱线沉降法,时间为11.3秒,比一<sub>nx</sub>精练剂好。
- 3.3 耐碱性测试:在不同浓度的NaOH溶液中,按5g/l的量加入RD—CT,发现RD—CT在≤80g/l

的碱液中,室温放置24小时,能保持澄清,无浑浊、絮凝现象;在85g/l碱液中稍有浑浊;90g/l碱液中浑浊,放置24小时后有絮凝及分层现象。

3.4 乳化性:主要测试分出10ml液蜡的时间,分出时间越长,说明乳化性越好。

经测试,时间为15分20秒,说明RD—CT乳化性能优良。

3.5 去污性:在皂洗机用,1%RD—CT溶液加入人工污布,50℃洗涤半小时后与原污布比较,分5级,级数越小,则去污性越好。

经测试,RD—CT为2~3级,说明其去污性好。

## 3.5 退浆、精练试验

工艺:纯棉坯布→轧热水(三浸三轧,80%)→轧淀粉酶液(二浸二轧,45~50℃,80%)→堆置(40℃,20min)→轧热水(三浸三轧)→轧冷水(二浸二轧)→轧工作液(二浸二轧,100%)→汽蒸(100℃,60min)→热水洗→冷水洗→晾干

处方:

酶液:淀粉酶7658	2g/l
NaCl	5g/l
工作液:RD—CT	3g/l
NaOH	30g/l

结果:毛效15.3cm/30min,白度73.5,布面白度均匀,去杂干净。

## 3.7 RD—CT在冷轧堆工艺中试验

我们针对宁波印染厂等两家厂用原来冷轧堆用精练剂A及B(均为国产精练剂)时,产品质量欠佳,特别是毛效欠佳的情况,进行了对比试验。

### 3.7.1 耐碱性与质量关系

国产精练剂A在≤45g/l NaOH液中澄清,50g/l NaOH液中稍浑,24小时放置后有少量下沉物>50g/l 浑浊加重,絮凝现象出现,说明精练剂A耐碱性<50g/l。

精练剂B,用相同方法,测得耐碱性<40g/l。

两家工厂生产用碱浓度为50g/l,精练剂A、B在此碱浓度不能充分发挥作用,因此织物上各种杂质去除不净,毛效达不到要求,半成品质量下降。



### 3.7.2 对比试验

工艺:纯棉坯布→冷轧打卷(多浸二轧,95%室温)→堆置(室温,20小时)→汽蒸(100℃×2')→早煮(95℃,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 3g/l 洗涤剂 2g/l)→水洗(80℃3次,冷流水一次)→烘干

冷轧液处方:100% NaOH 50g/l  
 100% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 15g/l  
 Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 1g/l  
 水玻璃 14g/l  
 精练剂 8~15g/l

对比结果如表1:

表 1

精练剂 用量(g/l)	精练剂 RD-CT			精练剂 A			精练剂 B		
	去杂	白度	毛效	去杂	白度	毛效	去杂	白度	毛效
8	净	69.34	10	不净	60.10	6.0	不净	58.10	4.0
10	净	74.63	14.1	基本净	65.80	7.8	不净	60.30	6.6
12	净	75.56	14.9	净	70.08	9.4	基本净	63.20	8.0
15	净	79.10	15.8	净	73.20	12.5	净	71.80	10.30

表1说明,精练剂 RD-CT 冷轧堆前处理工艺效果很好。

## 4 生产应用实际

### 4.1 在棉、涤棉织物冷轧堆工艺中应用

品种:

A:119cm,13 特×13 特 378×283 T/C 细布

B:128cm,30 特×59 特,157×165

冷轧液处方:

	品种 A(g/l)	品种 B(g/l)
100% NaOH	14	50
100% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	18	15
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1	1
水玻璃	14	14
RD-CT	8	10

冷轧设备:冷轧机 车速 30m/min

多浸二轧,轧温 25~30℃

打卷堆置:25~30℃×20小时

后处理:643 轧染机皂洗,车速 40m/min

进布→汽蒸(100℃×2')→4 格热

流水(90℃)→皂蒸箱(95~98℃)

→1 格 201 水槽(90℃)→3 轧热

流水洗(80~85℃)→烘干

使用后效果如表 2。

表 2

	品种 A	品种 B
白度	81.9	80.8
毛效	13.8	14.5
去杂	净	净

### 4.2 退煮、漂白二步常规工艺上应用

品种:142cm,18 特×18 特,425×299 纯棉贡缎

设备:043 练漂机 车速 60m/min

工艺:

一组浸轧(80~90℃,轧车压力 0.15MPa)→R 形箱(NaOH 25~30g/l,100℃×60')→平洗(4 格 85~90℃热流水)→二组浸轧(常温,轧车压力 0.2MPa)→R 形箱汽蒸(98~100℃×45min)→平洗→烘干

处方:一组浸轧液

100% NaOH	45g/l	100% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	3g/l
RD-CT	6g/l	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	6g/l
Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	4g/l	Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1g/l

RD-CT 2g/l

pH 9.5~10.5

生产效果:白度 81.9,毛效 13.6,去杂净。

4.3 从生产情况看,经用 RD-CT 精练剂精练的半制品白度佳,手感好,去杂净,毛效好,完全符合印染后道的加工要求,最终成品色泽均匀,鲜艳,强力符合商检及客商要求,可见它是一只优良精练剂,完全适合冷轧堆及常规的前处理工艺。

# 高效精练剂 AH-50

## 1 引言

近年来,染整行业为提高生产效率和降低能耗,将传统的印染前处理工艺缩短成退煮漂一步法工艺,或者退煮及漂或退及煮漂的两步法工艺,这是一次重要进展。它需要在各种高效助剂,新型设备和自动测控系统的配合下才能实现。但困扰前处理短流程工艺开发的一个因素是国内缺乏一种理想的高效精练助剂。必须寻求一种渗透迅速、乳化力强、去污力高、耐高温、耐浓碱及氧化剂、耐硬水、低泡沫、生物降解性好安全无毒的高效高速精练剂。要达到上述性能及要求,单一表面活性剂已不能满足,须从协同效应和增效作用出发研制复配新颖的高效精练剂,本文就这方面做了初步的探讨工作,研制成 AH-50。

## 2 表面活性剂选择和复配

国内外高效精练剂中,主要组份均为阴离子及非离子型表面活性剂的混合物,再加入其它有机及无机物复配而成,这样既能提高润湿、渗透、乳化、分散、增溶及净洗能力,同时又弥补了非离子及阴离子表面活性剂各自的不足。常用的非离子表面活性剂是各种碳数及加成数的脂肪醇聚氧乙烯醚及烷基酚聚氧乙烯醚,它们作为润湿和渗透之用,其 CMC 也比离子型表面活性剂低 1~2 个数量级,容易形成胶束,有利于乳化。其中,脂肪醇聚氧乙烯醚的碳数在 10~14 和环氧乙烷加成数在 5~6 为好;而烷基酚聚氧乙烯醚中,碳数在 7~10 和环氧乙烷加成数在 8~12 为好。常用的阴离子表面活性剂有烷基磺酸钠 AS 和直链烷基苯磺酸钠 LAS,也有用  $\alpha$ -烯烴磺酸钠 AOS 和醇醚硫酸酯钠盐 AES 等。据报道,国外从 60 年代末开始工业化生产仲烷基磺酸钠 SAS,由于它的理化性能优良,使之成为近十年工业发达国家发展最快的品种之一。石家庄轻工化学厂 1990 年建成一套小型装置开始起步,并批量生产。SAS 具有很高的化学稳定性,在酸碱、氧化剂及高

温条件下能够保持其优良的理化特性,在 200℃ 高温下不会分解;生物降解性优于烷基苯磺酸钠,大大优于非离子表面活性剂,无毒性。SAS 的降低表面张力及润湿力也达到了非离子型表面活性剂的水平,它的临界胶束浓度值也与烷基酚聚氧乙烯醚相似,较易形成胶束,且由于它的离子性能可维持稳定的乳化状态,防止油蜡所形成的胶束再沉积。阴离子表面活性剂膦酸盐在近年来作为精练剂的复配组份已被人们所重视,它具有良好的润湿、乳化、分散性能,是一般非离子及阴离子表面活性剂所不能比拟的;柔水性比非离子表面活性剂强,水溶性比磷酸盐大。在高温时,表面张力下降程度和润湿性比非离子表面活性剂大,能够缩短煮练时间,在浓碱中稳定、高温下不会分解;能耐硬水、电解质及氧化剂;毒性和刺激性低于一般表面活性剂,生物降解性尤为突出。所以精练剂 AH-50 的复配选择了仲烷基磺酸钠、脂肪醇聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚、膦酸盐等阴离子和非离子表面活性剂。由于精练助剂都是由表面活性剂所组成,容易生产大量泡沫,泡沫的外溢既浪费了助剂又影响效果,尤其是高速绳状练漂联合机,更容易产生泡沫。所以精练剂 AH-50 中加入少量消泡物质,可抑制泡沫的产生,又可提高渗透效果。

## 3 精练剂 AH-50 与同类助剂性能对比

为考查 AH-50 的渗透性及煮练效果,选择了不同厂家作用的助剂进行对比,试验如表 1、表 2。

表 1 各种助剂渗透性比较

助剂浓度(3g/l)	H <sub>2</sub> O	NaOH(20g/l)
AH-50	3.1	6.8
HB-20(冀化)	11.8	43.2
T586	13.2	25.4
FB-12(豫产)	24.1	48.6
TD-1 精练剂(日产)	9.6	23.1

表2 各种助剂煮练效果比较

助剂名称	42特粗布原坯		29特×29特纱卡	
	毛效(cm)	白度(%)	毛效(cm)	白度(%)
AH-50	12.1	55.2	14.3	58
HB-20	9.5	51.4	10.8	53.5
F6S6	9.2	50.8	10.5	53.1
FR-12	8.6	50.2	10.1	52.5

注:①NaOH 20g/l、精练剂3g/l、浴比1:40;

②煮沸30min水洗至中性烘干刷毛加管效应、白度。

结果表明,精练剂AH-50渗透性和煮练效果均较优。

#### 4 精练剂AH-50的应用

精练剂AH-50在石家庄、保定、天津等十几家大型印染厂使用,反映效果良好,已被许多厂家所采纳,表3是涤/棉织物的退浆、煮练和漂白试验,并对其半成品进行毛效和白度测试,见表3。

表3 各种助剂对于不同织物的毛效及白度影响

助剂	13特×13特涤/棉府绸		14特/2×28特涤/棉斜卡	
	毛效(cm)	白度(%)	毛效(cm)	白度(%)
AH-50	16.3	85	15.6	87
HB-20	13.9	81	11.2	79
F-686	12.3	78	10.5	77

注:处方:精练剂浓度3g/l、NaOH 20g/l;洗缸、烧毛以退浆—反带汽蒸(100℃、20~25min)→五格平洗双氧水漂白—反带汽蒸(100℃、20~25min)→五格平洗

#### 5 结论

- 精练剂AH-50润湿渗透力强、低泡沫、化学稳定性好,是一只高效实用精练剂。
- 该精练剂生产工艺合理,生物降解性好,属无毒、无新三废污染产生。
- 精练剂AH-50复配工艺先进,价格合理,有推广应用的价值。

## 用低纯度IPA合成涤纶染色改性剂SIPM

### 1 前言

涤纶聚酯纤维具有高强度、耐化学性、耐光、耐皱、易干等许多优点,受到人们的欢迎。但由于其分子结构紧密,结晶度和取向度较高,极性基团含量少等原因,使得它染色性能差,只能用分散染料及高温高压法、载体法、热熔法等染色,因此对聚酯纤维进行改性很有必要<sup>[1,2]</sup>。

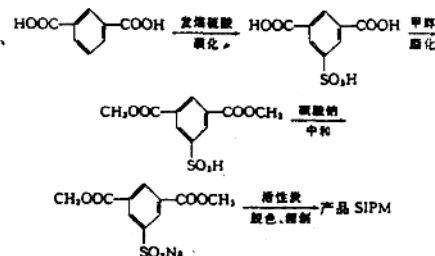
CDP或ECDP是国内外盛行的阳离子可染或易染共聚酯,它们是在PET分子中引入第三单体或第四单体后共聚而得,解决了涤纶纤维上染色差的根本问题,因而可以得到色泽鲜艳、吸湿性好,湿牢度高及耐升华度高的涤纶纤维,但用于共聚酯的染色改性剂第三单体,即3,5-间苯二甲酸二甲酯磺酸钠(简称SIPM)<sup>[3]</sup>,因国内缺乏间苯二甲酸(IPA)原料,SIPM产量上不去,且成本高,所以几年来涤纶改性共酯仍然处于小批量试生产规模。我国聚酯原料装置是以Amoco法制PTA为主的技术路线,PTA生产过程中存在氧化残渣,该残渣组成主要含单元苯羧酸如甲基苯甲酸、对甲基苯甲酸等,以及二元苯羧酸如邻苯二甲酸、IPA等,其中IPA约占20%左右,由于该残渣为酸性固体废弃物,容易造成环境污染。本文用从该残渣中分离出来的杂质较多、色泽较深的低纯度IPA为原料合成出了SIPM,经分析产品质量合乎要求。这样既解决了氧化残渣的排放污染和废

物利用问题,又为国内SIPM的生产提供了原料,不受国外价格波动的影响,对发展我国的改性涤纶工业有较高的经济效益和社会效益。

### 2 实验部分

#### 2.1 原理及工艺路线

采用IPA用发烟硫酸磺化后不分离硫酸连续酯化的工艺流程。



#### 2.2 实验装置及操作

在250 mL三口烧瓶中加入IPA及所需量的发烟硫酸,然后用油浴加热,待IPA全部溶解后加热及开动搅拌,进行磺化反应。磺化结束后降温到80℃左右,加入定量甲醇酯化。酯化后将物料转移到大烧杯中,稀释并用碳酸钠中和、过滤,得到SIPM粗产品,经脱色结晶精制后得产品。

#### 2.3 原料

IPA从CTA氧化残渣中分离出的原料组成

(自制),其中IPA:92.82%,对苯二甲酸:3.40%,  
 苯甲酸 1.91%,对甲基苯甲酸:1.22%,对羟基苯  
 甲酸:0.64%;发烟硫酸(50%SO<sub>2</sub>):分析纯;上海  
 振兴化工厂;甲醇:分析纯,上海振兴化工厂;碳酸  
 钠:化学纯,上海虹光化工厂。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 反应条件对反应的影响

##### 3.1.1 磺化温度对磺化反应的影响

间苯二甲酸的磺化需要一定的SO<sub>2</sub>,若发烟硫酸浓度低时,则加入的发烟硫酸量多,反应后中和所需的碱量也多,生成的副产物硫酸钠的含量也增加,给产品的后处理带来不便,另外要洗去硫酸钠也需大量的水,使得产品收率降低,因此我们选用浓度为50%的发烟硫酸。

间苯二甲酸含二个羧基,苯环钝化,故磺化反应需要较高的温度,磺化温度对收率的影响见图1。

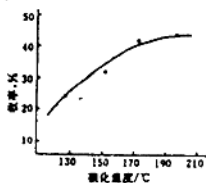


图1 磺化温度对收率的影响  
 SO<sub>2</sub>/IPA=1.1 磺化时间5 h

从图1中可以看出随着反应温度的提高,产品收率逐渐增加,磺化温度大于170℃时,温度增加对收率的影响不大。虽然磺化温度的增加可以缩短磺化反应时间,但温度越高,副反应越多,色泽越深,后处理的难度加大,故磺化温度以170℃为宜。

##### 3.1.2 磺化时间对磺化反应的影响

磺化时间对收率的影响见图2。

磺化时间增加,产品收率增加,磺化时间达5 h,收率>5%,再增加时间对产品收率影响不大,故磺化时间取5 h即可。

##### 3.1.3 SO<sub>2</sub>/IPA(摩尔比)对磺化反应的影响

IPA的磺化反应是可逆反应,为了使反应向磺化方向移动,采用增加SO<sub>2</sub>浓度的方法来解决。SO<sub>2</sub>/IPA对收率的影响见图3。

从图3可知,随着SO<sub>2</sub>/IPA的增加,产品收率提高,且SO<sub>2</sub>/IPA超过1.1时收率的影响不

大。

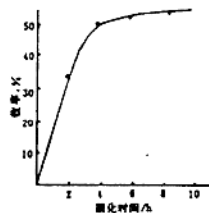


图2 磺化时间对收率的影响  
 SO<sub>2</sub>/IPA=1.1 磺化温度170℃

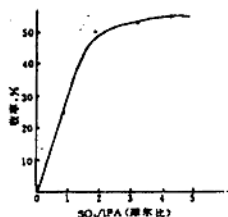


图3 SO<sub>2</sub>/IPA对收率的影响  
 磺化温度170℃ 磺化时间5 h

##### 3.1.4 甲醇加入量对酯化反应的影响

酯化反应也是可逆反应,为了使反应向生成酯反应方向移动,可以采取移去反应生成的水和增加反应物甲醇浓度的办法。由于在酯化过程中还有许多副反应,如甲醇和甲醇,甲醇和硫酸等,因此甲醇必须过量。MA/IPA(摩尔比)对收率的影响见图4。

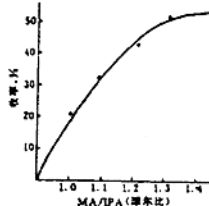


图4 MA/IPA对收率的影响  
 磺化温度80℃ 磺化时间2.5 h

从图4中可以看出随着甲醇加入量的增加,产品收率迅速增加,当MA/IPA=4时,继续增加甲醇用量,对产品收率影响不大。

##### 3.1.5 酯化时间对反应的影响

甲醇酯化比较容易进行,酯化时间2 h即可达到平衡。

3.2 产品质量指标(见图 5、图 6、图 7)

IPA 为原料合成 SIPM 是可行的。

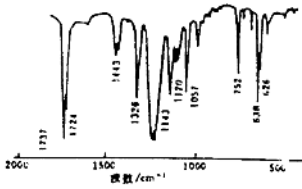


图 5 日本 SIPM 红外谱图

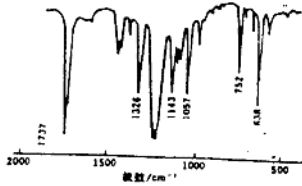


图 6 自制 SIPM 红外谱图

自制 SIPM 与日本进口 SIPM 红外和紫外分析谱图完全一致,证明所合成的产品为 SIPM,并且纯度高,无多余杂质峰出现。

参照日本产品质量分析标准,对自制和国内某二个厂家及进口 SIPM 的测试项目对比结果,见表 1。

表 1 结果表明,以从 CTA 氧化残渣分离出的低纯度 IPA 为原料,采用本工艺完全能合成出优于国内产品质量指标的 SIPM。

4 结 论

a. 采用 CTA 氧化残渣分离出来的低纯度



图 7 紫外谱图

表 1 质量分析比较表

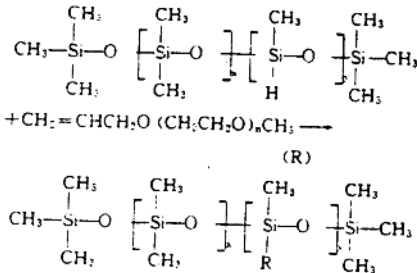
项 目	自制样	日本样	国内某厂 1	国内某厂 2
总酸值/mgKOH · (g 脂) <sup>-1</sup>	0.65	0.41	3.4	0.54
硫酸钠/10 <sup>-4</sup>	450	<300	400	530
水份, %	0.3	0.35	0.40	0.35
酯交换率, %	99	100	99	99

注:四种样品外观均为白色结晶粉末,色相(APHA)(16.5% EG 溶液)均<30,Fe<sup>2+</sup>均<5×10<sup>-4</sup>。

b. 优化工艺条件是:碘化温度 170 °C,碘化时间 5 h,SO<sub>2</sub>/IPA (mol 比)为 1.1;酯化时间 2 h, MA/IPA (mol 比)为 4。

(上接 78 页)

再对这种活性中间体,在铂催化剂存在下与烯丙基聚氧乙烯加成:



由于活性氢在主干的侧面,获得的结构是一种侧基改性,也被称为木梳式或接枝构型,与典型的有机表面活性剂线性构型一端

为亲水基一端为疏水基不同。大多数工业化的非离子有机硅表面活性剂,就是这种聚二甲基硅氧烷和悬挂的聚氧乙烯改性物。

有机硅非离子表面活性剂具有许多对纺织工业有价值的特殊性能,它们的低表面张力使之具有良好的润湿性能,在高速下,摩擦性很小以及优良的热稳定性,用作纤维的润滑,特别是缝组润滑。

由于聚氧乙烯链的引入,使这种有机硅表面活性剂可以制成水溶性而不要求在使用前乳化。

# 纤维改性剂 DW-301

## 增深活性染料染色工艺

活性染料具有色谱齐全、色泽鲜艳、价格低廉、染色方法简单、湿摩擦牢度优良等特点。继 80 年代日本住友公司开发混合双活性基型活性染料后,国内外制造商纷纷研制自己的品种来解决活性染料与纤维的直接性、亲和力小,易发生水解等缺点。我国活性染料的制造起步较早,色谱比较齐全,特别最近几年,已有数十只新品种问世,并形成商品,较其他染料新品种的比例多。今后活性染料在国内外制造业中所占的比例还会越来越大。

我厂主要生产全棉毛浴巾、床单布,绝大多数出口,其中以沙滩巾为主。该产品颜色深牢度要求高,采用士林染料成本高,货源紧张;若采用纳夫妥染料染色,色谱少、手续繁琐、色牢度不理想。为此,从 1990 年开始对活性染料的选择和采用棉纤维变性新工艺进行大量试验,并通过生产上广泛的应用,明显地降低了成本,提高了产品质量,经济效益和社会效益都收到了良好的效果。

### 1 活性染料的选择

活性染料色谱虽然比较齐全,但实际生

产中,仍然要拼色。拼色时应该注意,宜选用同类型染料拼色,这样容易获得较高的固色率。对敏感的色泽,应该选用直接性相接近的染料拼色,尽量避免相反拼色,对中浅色拼色更应该注意这一点。染深色宜选用固色率高的染料,以达到降低成本的目的。对浅色,尽量采用直接性低,色相接近的染料进行温和拼色,不应该为减少染料的用量,用深色染料来调正色光。一些特别品种,要求较高的可以选用混合双活性基型的染料,因为此类染料含有二种活性基,并具有较高的固色率,优良的匀染性、重演性、易洗涤性和湿处理牢度,60℃染色时,温度稍有变动,得色几乎没有变化。目前市场上,除日本住友公司十多个品种外,上染八厂先后开发了好几只新品种,我们一些特殊品种均采用此类活性染料染色,产品质量有了保证,虽然此类染料价格大,但从综合效益考虑,还是合算和可取的。

### 2 DW-301 增深剂的应用

我厂生产各种沙滩巾,该品种深色多、染色难和染化料浪费大,从 1990 年以来先后



对 CF-1、DW-301 等改性剂加深活性染色作了大量试验和选择工作,最后选中 DW-301 加深剂,经过几年的大规模使用,基本上解决了活性染料中深色染色难的问题和部分不同性能拼色问题,满足了产品的要求。

### 2.1 DW-301 的反应原理

DW-301 加深剂是一种反应型,适用于纤维素纤维染色的接枝改性剂,在其一定浓度、碱性及时间的条件下,随着温度的变化,使棉纤维接枝而改性,增大了纤维大分子和染料分子的亲和力,使上染率和固色率大大提高。

### 2.2 工艺用料和工艺条件的选择

增深的效果取决于棉纤维变性的程度,染色的均匀度和外观质量取决于棉纤维变性的均匀度。反映 DW-301 加深效果比较好,但染色时色花、色差难以解决,我们认为关键是应该根据各种设备和纤维的特点来选择制定合理的变性工艺、用料和染色工艺、用料。

生产实践举例(本厂)

#### 2.2.1 工艺条件

设备:

A Y400、Y600 绞纱液流染色机

浴比 1:18

B 50kg 高温高压染色机

浴比 1:12

坯纱:各种全棉绞纱线,根据需要,煮练分碱煮和碱煮氧漂。毛效 10~15cm/30min。

#### 2.2.2 工艺用料

(1)变性

DW-301 加深剂(g/L) 2~3

pH 值(用 30%NaOH 调) 11~13

DX 渗透剂(g/L) 0.5

(2)染色

活性染料(%) x

881 润湿剂(g/L)(可作染料调浆用) 0.5

食盐(g/L) 浅色不加,深色 5~10

纯碱(g/L) 5~10

(3)皂练

209 净洗剂(g/L) 0.5~0.8

PD820 净洗剂(g/L) 0.1

### 2.2.3 工艺流程

装纱→变性→热水水洗→冷水水洗

染色→皂煮→热水水洗→水洗→出纱→

甩干

工艺实施细则说明

(1)变性

先常温变性 20min,逐步升温至 90℃,再计算时间 20min。

采用常温进变性剂,可以缓冲变性速度,使纤维能均匀地吸收变性剂,再进入高温变性,保证纤维变性一致。加放 DX 渗透剂,提高纤维毛效,加强变性效果,严格控制 DW-301 用量,过多增加成本,效果不明显,烧碱控制 1:1 左右,过多纤维容易发毛、发粘。

(2)染色

① 变性后采用二次热水、一次冷水,目的是降低纤维表面 pH 值,防止变性后的纤维因有较大的直接性和亲和力,在碱性条件下,染料进入初染阶段,纤维局部产生深斑和深浅不一和白布。

② 根据活性染料直接性大小和浓度,采用扩大化料浴比和分批进染液。

③ 进入染料初染基本平衡后分批加入食盐和纯碱。

④ 染料类型不同加深后效果也不同,即对反应性愈低的活性染料(习惯染色上色率低,染不深的染料)效果愈明显,均匀度好,但化料要彻底。采用 811 润湿剂调浆,能帮助染料充分溶解,防止污斑形成,811 属非离子复合型,净洗剂有渗透和净洗双重功能。

## 3 皂煮

通过 DW-301 加深染色的纤维,大多属中深色,所以必须进行皂练和水洗,其工艺要求可按习惯工艺进行。

# 多官能团纤维素纤维改性剂 EPTA 的应用

## 1 前言

活性染料由于价廉、颜色鲜艳、染色工艺简单和具有较高染色牢度而被广泛应用于纤维素纤维染色和印花。但活性染料在纤维素纤维染色中存在两大问题。一是需用高浓度的盐(30~100g/L)进行促染,以降低染料阴离子与纤维素阴离子之间的静电斥力,提高活性染料对纤维素纤维的直接性。根据染色方法、色泽深度和染料类型的不同,活性染料的固色率一般在50~90%,因而应用活性染料染色时会产生大量的含盐有色废水,造成严重的浪费和环境污染<sup>[1~3]</sup>。二是活性染料难以染得深浓色泽。针对以上问题,国内外染整工作者一直在为提高纤维素纤维的染色性能而努力。

近年来,国外已研究出用活性染料低盐和无盐上染、中性固色的工艺,提高了染料利用率,减轻了污水处理的负担。此外,也采取在纤维素分子中引入氨基、硫醇基等侧基的方法,主要是用含有季铵离子的化合物对纤维素进行改性。这些改性剂的分子结构具有活性基和季铵阳离子的特征。简单的小分子结构改性剂对纤维素分子的亲和力小,但不会引起“环染”和日晒牢度的下降,而复杂的大分子结构改性剂对纤维素亲和力高,易引起“环染”和日晒牢度的下降<sup>[4~5]</sup>。国内研究的纤维素纤维改性剂大多是仲胺或叔胺或环氧氯丙烷反应制得的单官能团季铵阳离子化合物,对改善纤维素纤维的染色性能有一定效果<sup>[6~7]</sup>。我们最近研究合成的

多官能团纤维素纤维改性剂 EPTA 在提高纤维素纤维的染色性能方面取得了一定成果。改性后的棉织物用活性染料染色时,能无盐上染,固色率得到提高,同时减轻了对环境的污染,具有一定的经济效益和社会效益。

## 2 实验

### 2.1 材料

精练、漂白、丝光后的 4040 府绸半制品

### 2.2 试剂

EPTA(含固率 57%)、浓硫酸、氢氧化钠、碳酸钠、氯化钠、冰醋酸、醋酸钠、溴酚蓝。

活性艳红 X-3B、活性艳蓝 X-BR、活性艳红 K-2BP、活性嫩黄 K-6G、活性紫 K-3R、活性艳橙 K-GN、活性翠蓝 K-GL、活性黑 K-BR、弱酸性蓝 PR。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 预处理

用浸渍法和轧烘焙法分别对棉织物进行预处理。浸渍法是将织物在浴比为 1:20、一定浓度的 EPTA 和 NaOH 溶液中处理,从 50℃以 2℃/min 的升温速率升至一定温度,恒温一段时间,然后取出水洗烘干,轧烘焙法则将织物在室温下于一定浓度的 EPTA 和 NaOH 溶液中二浸二轧,轧余率为 90~100%,80℃下烘干 3min,再在 110℃下焙烘一定时间,最后水洗、烘干。

#### 2.3.2 染色

未处理棉织物的染色按照“活性染料染色

色光和强度的测定方法(GB2387-80)中规定的条件进行<sup>[8]</sup>。预处理后的棉织物染色除不加盐促染外,其他条件均与未处理棉织物相同。

### 2.3.3 K/S 值及固色率的测定

染色织物的 K/S 值在美国 DIANO 公司 M-M-350 型电子测色配色仪上测定,固色率用酸溶解法测定<sup>[9]</sup>。

### 2.3.4 染色牢度的测定

染色牢度按国家标准测定。

### 2.3.5 织物弹性的测定

织物弹性在 YG541A 型弹性仪上测定。

## 3 结果与讨论

### 3.1 棉织物改性工艺条件优选

为了减少试验次数,避免不必要的浪费和重复,但又必须保证实验数据能科学全面地反映问题,本研究在已初步掌握有关工艺参数的基础上,采用正交实验设计法寻找最佳工艺条件,并用方差分析方法对各工艺参数进行分析。

#### 3.1.1 浸渍法预处理工艺条件选择

作 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交设计,其指标为预处理后棉织物用活性翠蓝 K-GL(2%, owf) 染色后所得的固色率。各因子与水平如下:

- A. EPTA 浓度(g/L) A<sub>1</sub>=1 A<sub>2</sub>=2 A<sub>3</sub>=3  
 B. NaOH 浓度(g/L) B<sub>1</sub>=0.5 B<sub>2</sub>=1.5 B<sub>3</sub>=2.5  
 C. 温度(°C) C<sub>1</sub>=70 C<sub>2</sub>=90 C<sub>3</sub>=100  
 D. 时间(min) D<sub>1</sub>=20 D<sub>2</sub>=30 D<sub>3</sub>=50

实验结果如表 1、2 所示。

表 1 浸渍预处理正交表

列号 试验号	A	B	C	D	数据		合计
	1	2	3	4			
1	1	1	1	1	34.24	37.63	71.87
2	1	2	2	2	50.05	45.71	95.76
3	1	3	3	3	40.79	40.79	81.58
4	2	1	2	3	38.35	40.43	78.78
5	2	2	3	1	56.75	53.74	110.49
6	2	3	1	2	55.25	57.25	112.50
7	3	1	3	2	38.18	32.12	70.30
8	3	2	1	3	51.98	49.81	101.79
9	3	3	2	1	64.58	60.25	124.86
I	249.21	220.95	256.16	307.22			
II	301.77	308.04	299.40	278.55	T=847.93		
III	296.95	318.94	263.37	262.15			

表 2 方差分析

方差名称	S	f	V	F	显著性
A	281.33	2	140.69	23.53	**
B	961.42	2	480.71	80.39	**
C	117.36	2	58.68	9.81	**
D	173.44	2	86.72	14.50	**
误差	53.82	9	5.98		

$$F_{0.05}(2,9)=4.26 \quad F_{0.01}(2,9)=8.02$$

由表 1 的结果可看出,各因子的最优水平分别为 A<sub>2</sub>、B<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>、D<sub>1</sub>,因此浸渍法预处理最优工艺条件是 EPTA 2g/L, NaOH 2.5g/L, 90°C 处理 20 min。表 2 的方差分析表明, EPTA 浓度、NaOH 浓度、温度和时间都是影响固色率的显著因素。因为在一定范围内, EPTA 浓度的高低与纤维素改性程度有直接关系,而 NaOH 起催化作用,温度和时间则影响 EPTA 与纤维素之间反应完成程度,所以它们都是影响固色率的显著因素。

#### 3.1.2 轧烘焙法预处理工艺条件选择

作三因子三水平的 L<sub>27</sub>(3<sup>3</sup>) 正交设计,其指标为预处理后棉织物用活性翠蓝 K-GL(2%, owf) 染色后测定的 K/S 值,其结果见表 3、4。各因子与水平如下:

- A. EPTA 浓度(g/L) A<sub>1</sub>=55 A<sub>2</sub>=65 A<sub>3</sub>=75  
 B. NaOH 浓度(g/L) B<sub>1</sub>=6 B<sub>2</sub>=10 B<sub>3</sub>=14  
 C. 焙烘时间(s) C<sub>1</sub>=90 C<sub>2</sub>=60 C<sub>3</sub>=40

表 3 轧烘焙预处理正交表

列号 试验号	A	B	C		数据 (K/S)
	1	2	3	4	
1	1	1	1	1	7.1778
2	1	2	2	2	9.0109
3	1	3	3	3	7.9010
4	2	1	2	3	5.5473
5	2	2	3	1	7.1453
6	2	3	1	2	7.9553
7	3	1	3	2	4.4418
8	3	2	1	3	5.5301
9	3	3	2	1	6.8792
I	24.0897	17.1669	20.5437	21.2028	
II	20.6789	21.5368	21.4347	21.4385	T=61.4697
III	16.7011	22.7660	19.4886	18.8234	