



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105648801 A

(43) 申请公布日 2016. 06. 08

(21) 申请号 201511007163. 3

(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 3/14(2006. 01)

D06P 1/38(2006. 01)

D06P 1/673(2006. 01)

D06P 1/642(2006. 01)

D06P 5/20(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种纯羊毛纱线低温染色方法

(57) 摘要

本发明公开了一种纯羊毛纱线低温染色方法,包括配置染料混合溶液、纱线预处理、染色、后处理等步骤。通过采用离子液体与微波技术相结合的方法预处理羊毛纱线,加速羊毛纤维的鳞片进行部分地剥除,该低温染色方法避免了现有技术中羊毛纱线用有机溶剂清洗的步骤,将少量的离子液体直接带入染料混合溶液中;预处理后的羊毛纤维表面的脂肪酸和胱氨酸二硫键被破坏,通过向染料溶液中添加可溶性氯化稀土,加速低温条件下染料分子向羊毛纤维内部孔隙深入,羊毛中的少量离子液体调节羊毛表面的电性,有利于羊毛与染料分子络合物之间的静电吸附,实现其助染功能。

1. 一种纯羊毛纱线低温染色方法,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值调节剂和水,羊毛纱线与活性染料的重量之比为1:(0.02~0.045);羊毛纱线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;

S2:将干燥纱线浸渍于离子液体中,微波加热2~5min,降至室温,保持20~40min,将纱线取出;

S3:将S2所得纱线轧干,烘干;

S4:将S3所得纱线浸渍在S1所得染料混合溶液中,升温至30~35℃,保温2~5h,然后再次升温至60~75℃,保温1~3h后降温;

S5:取出纱线自然干燥,然后多次水洗、脱水烘干,得染色后的羊毛纱线。

2. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,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所述的纯羊毛纱线低温染色方法,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所述的纯羊毛纱线低温染色方法,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所述的纯羊毛纱线低温染色方法,其特征在于,所述活性染料多采用 α -卤代丙烯酰胺型活性染料。

6. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,其特征在于,所述S2中微波功率为300~500W。

7. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,其特征在于,所述羊毛纱线与元明粉的重量之比为1:(0.005~0.02)。

8. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,其特征在于,S4中再次升温的升温速率为0.8~1.2℃/min。

9. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,其特征在于,所述染料混合溶液中还包括双氧水和葡萄糖,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.03~0.06mol/L,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.01~0.03 mol/L。

10. 根据权利要求1所述的纯羊毛纱线低温染色方法,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。

一种纯羊毛纱线低温染色方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纱线技术领域,具体涉及一种纯羊毛纱线低温染色方法。

背景技术

[0002] 羊毛传统的高温染色不仅耗能大,而且使羊毛在高温下遭受化学试剂和热的作用,引起羊毛泛黄,大大影响纤维外观及物理机械性能,破坏羊毛优良的天然品质。当前国内外关于羊毛低温染色法有氯盐氧化预处理法、甲酸预处理法、生物酶预处理法等。氯盐氧化预处理法中无论是二氯异氰尿酸钠(DCCA),还是次氯酸钠,在使用过程中都会产生AOX,对环境造成一定的污染;甲酸预处理法中因甲酸用量过大,对设备有较大腐蚀作用,而且只能染中、浅色,并容易造成染色不匀,难以推广;生物酶预处理法时酶的浓度及活力受到较多因素的影响,过多的酶制剂吸入到人体中,会对人体产生较大的不利影响。CN102409557A公开了一种采用离子液体在染色前预处理羊毛纱线的方法,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65~85℃。CN102277754 B中也公开了一种离子液体在染色前预处理羊毛纱线的方法,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60~80℃,浴比1:10~30下,处理5~20min,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,羊毛本身由于鳞片的存在,具有一定的拒水性能,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

[0003] 本发明的目的在于克服现有技术中存在的缺陷,提供一种对羊毛纤维预处理有效且低温上染率高的纯羊毛纱线低温染色方法。

[0004] 为实现上述技术效果,本发明的技术方案为:一种纯羊毛纱线低温染色方法,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值调节剂和水,羊毛纱线与活性染料的重量之比为1:(0.02~0.045);羊毛纱线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;

S2:将干燥纱线浸渍于离子液体中,微波加热2~5min,降至室温,保持20~40min,将纱线取出;

S3:将S2所得纱线轧干,烘干;

S4:将S3所得纱线浸渍在S1所得染料混合溶液中,升温至30~35℃,保温2~5h,然后再次升温至60~75℃,保温1~3h后降温;

S5:取出纱线自然干燥,然后多次水洗、脱水烘干,得染色后的羊毛纱线。

[0005] 将干燥的纱线浸渍于离子液体中,通过微波加热使羊毛鳞片层之间或孔隙中的水分首先受热扩散至离子液体中,加热后的羊毛纤维鳞片出现剥离现象,同时离子液体充分

润湿羊毛鳞片并缓慢溶解鳞片的角蛋白,增加了离子液体与羊毛鳞片之间接触面积,降温后,孔隙的负压状态将离子液体吸收至孔隙内,并带入染料混合溶液中。

[0006] 在染料混合溶液中加入稀土元素,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,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。另外,深入羊毛孔隙中的离子液体电离出的正电荷与呈负电的羊毛静电吸附,增加羊毛表面的正电荷中心浓度,降低羊毛的负电性,使离子染料特别是阴离子染料更容易上染。离子液体的加入还可以改善羊毛纤维中氢键的分布,使羊毛结构更疏松,利于染料分子向纤维内部扩散。

[0007] 羊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,活性染料多采用 α -卤代丙烯酰胺型活性染料。该染料在酸性染色溶液中具有优良的抗水解性,染料分子的多个活性官能团可与羊毛表面的多个氨基和发生亲核取代或亲核加成反应,形成稳定的交联结构,因此经上述染料染色的羊毛面料色牢度强。

[0011] 优选的技术方案为,S2中微波功率为300~500W。微波功率过大,则纤维内部水分和空气升温过快,会使羊毛内部髓质的空腔迅速增大,细胞之间的联接疏松,导致羊毛纤维的机械性能急剧下降;微波功率过低则离子液体深入不够,不利于后续的上染效果。

[0012] 优选的技术方案为,所述羊毛纱线与元明粉的重量之比为1:(0.005~0.02)。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纱线中的固色率,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,S4中再次升温的升温速率为1~1.5°C/min。

[0014] 优选的技术方案为,所述染料混合溶液中还包括双氧水和葡萄糖,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.03~0.06mol/L,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.01~0.03 mol/L。虽然双氧水可以破坏羊毛纤维的表面结构,但是一定浓度的氧化剂和还原剂对羊毛纤维破坏有限,双氧水和葡萄糖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。

[0015] 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,但酸性较醋酸盐型离子液体和卤盐离子液体的酸性弱,可对羊毛表层的鳞片层进行部分地溶解,同时减少对于剥除鳞片层后羊毛纤维的进一步损伤。

[0016] 本发明的优点和有益效果在于:

通过采用离子液体与微波技术相结合的方法预处理羊毛纱线,加速羊毛纤维的鳞片进行部分地剥除,该低温染色方法避免了现有技术中羊毛纱线用有机溶剂清洗的步骤,将少量的离子液体直接带入染料混合溶液中;

预处理后的羊毛纤维表面的脂肪酸和胱氨酸二硫键被破坏,通过向染料溶液中添加可溶性氯化稀土,加速低温条件下染料分子向羊毛纤维内部孔隙深入,羊毛中的少量离子液体调节羊毛表面的电性,有利于羊毛与染料分子络合物之间的静电吸附,实现其助染功能。

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)的纯羊毛纱线低温染色方法包括如下步骤:

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值调节剂和水,羊毛纱线与活性染料的重量之比为1:0.02;羊毛纱线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;

S2:将干燥纱线浸渍于离子液体中,微波加热2min,降至室温,保持20min,将纱线取出;

S3:将S2所得纱线轧干,烘干;

S4:将S3所得纱线浸渍在S1所得染料混合溶液中,升温至30℃,保温2h,然后再次升温至60℃,保温1h后降温;

S5:取出纱线自然干燥,然后多次水洗、脱水烘干,得染色后的羊毛纱线。

[0019] pH值调节剂为柠檬酸;可溶性氯化稀土为氯化镧;活性染料多采用 α -卤代丙烯酰胺型活性染料;S2中微波功率为200W;羊毛纱线与元明粉的重量之比为1:0.005;S4中再次升温的升温速率为0.8℃/min;离子液体为选自1-丁基-3-甲基咪唑氯盐。

[0020] 实施例2

实施例2与实施例1的区别在于:

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值调节剂和水,羊毛纱线与活性染料的重量之比为1:0.045;羊毛纱线与氯化稀土的重量之比为1:0.005,染料混合溶液的pH值为4.5~5.5;

S2:将干燥纱线浸渍于离子液体中,微波加热5min,降至室温,保持40min,将纱线取出;

S3:将S2所得纱线轧干,烘干;

S4:将S3所得纱线浸渍在S1所得染料混合溶液中,升温至35℃,保温5h,然后再次升温至75℃,保温3h后降温;

S5:取出纱线自然干燥,然后多次水洗、脱水烘干,得染色后的羊毛纱线。

[0021] 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铈1:1混合;

S2中微波功率为300W;羊毛纱线与元明粉的重量之比为1:0.02;S4中再次升温的升温速率为1.2°C/min;离子液体为选自1-异丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐。

[0022] 实施例3

实施例2与实施例1的区别在于:

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值调节剂和水,羊毛纱线与活性染料的重量之比为1:0.0325;羊毛纱线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;

S2:将干燥纱线浸渍于离子液体中,微波加热3.5min,降至室温,保持30min,将纱线取出;

S3:将S2所得纱线轧干,烘干;

S4:将S3所得纱线浸渍在S1所得染料混合溶液中,升温至32°C,保温3.5h,然后再次升温至67°C,保温2h后降温;

S5:取出纱线自然干燥,然后多次水洗、脱水烘干,得染色后的羊毛纱线。

[0023] 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%;S2中微波功率为500W;羊毛纱线与元明粉的重量之比为1:0.012;S4中再次升温的升温速率为1°C/min;离子液体为选自1-丁基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐。

[0024] 染料混合溶液中还包括双氧水和葡萄糖,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.03mol/L,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.01mol/L。

[0025] 实施例4

实施例4与实施例3的区别在于: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%;S2中微波功率为400W;离子液体为选自1-乙基-3-甲基咪唑四氟硼酸盐;染料混合溶液中还包括双氧水和葡萄糖,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.06mol/L,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.03 mol/L。

[0026] 实施例5

实施例5与实施例4的区别在于: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双氧水和葡萄糖,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.045mol/L,染料混合溶液中过氧化氢的摩尔浓度为0.02 mol/L。

[0027] 对比例1(简称D1,下同):对比例1常温条件下对离子液体预处理。

[0028] 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。

[0029] 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。

[0030] 2、采用分光光度计对羊毛纱线的上染率进行检测;

3、采用手感仪对羊毛纱线的手感进行检测(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:

$$\text{上染率} = (1 - A_n N_n / A_0 N_0) * 100\%$$

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。

[0031] 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	91.33	10.32	III
S2	91.85	9.12	II
S3	92.22	10.24	I
S4	93.01	10.09	I
S5	94.35	9.97	II
D1	75.21	12.36	IV
D2	84.54	9.82	II

通过显微镜观察纤维的饱满度和表面损伤程度,实施例1的表面晶面多于实施例2-5,但羊毛纤维强力优于实施例2-5,主要原因在于,实施例1预处理的微波功率较小,相同时间内离子液体的溶解角蛋白速率和深入程度较小。

[0032] 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。