



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106758417 B

(45)授权公告日 2018.10.30

(21)申请号 201611142672.1

(22)申请日 2016.12.13

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106758417 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(73)专利权人 江西德盛精细化学品有限公司

地址 331200 江西省樟树市盐化基地

(72)发明人 刘海平 刘汉茂 吕学海

(51)Int.Cl.

*D06P 5/08*(2006.01)

*D06P 5/04*(2006.01)

*D06P 5/06*(2006.01)

*C08F 218/08*(2006.01)

*C08F 226/02*(2006.01)

审查员 孙蓓

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法及其制得的固色剂

(57)摘要

本发明公开了一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法及其制得的固色剂,将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合加热搅拌,边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,滴加完后降温并搅拌处理;然后加入水杨酸,加热搅拌处理;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在加热搅拌处理,降至室温即得固色剂。本发明制备工艺简单,在各组分的相互作用下制得的固色剂不含甲醛和APEO,能通过固色剂分子中的阳离子基团与染料中的阴离子基团进行静电结合,在织物表面形成不溶性的色淀,封闭染料的水溶剂基团,提高染色织物耐水洗牢度。本发明具有染色牢度高、提高干湿牢度、水洗色牢度、耐高温、环保、无污染的特点,生产成本低,性能稳定,适于工业化生产,具有广阔的市场前景。

1. 一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,由以下步骤组成:

1) 将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液;

2) 将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为15-23:3-7,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:2-5;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理38-40min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1-2;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的3-5%,降至室温即得固色剂。

2. 根据权利要求1所述的轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为17-21:4-6。

3. 根据权利要求1所述的轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为19:5。

4. 根据权利要求1所述的轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:4。

5. 根据权利要求1所述的轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1.5。

6. 根据权利要求1所述的轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,其特征在于,哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的4%。

7. 根据权利要求1-6任一所述的制备方法制得的固色剂。

## 一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法及其制得的固色剂

### 技术领域

[0001] 本发明涉及印染助剂技术领域,具体是一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法及其制得的固色剂。

### 背景技术

[0002] 近年来,随着人们生活水平的提高,纺织品的需求量也越来越多,对纺织品的要求也越来越高,如要求纺织品的色彩鲜艳,色牢度好等。活性染料作为现代染料工业的代表,因其色泽鲜艳、色谱齐全、工艺经济、操作简单、匀染性好、价格较低等优点,而备受印染行业的喜爱。但是,活性染料自身存在难以克服的缺点,其染深浓色时,它的色牢度相对较差,用固色剂进行整理来提高色牢度是一项重要的措施。活性染料尽管染料和纤维之间形成官能团共价键合,但在染色中水解染料或对未键和的染料皂洗不充分,亦会使其色牢度降低,染料从已染色的湿纤维上掉下来。不仅使织物本身色泽变浅,而且会沾污白色或已染成其它色泽的纤维,产生沾色和搭色现象。为了解决这些问题,大力开发高吸收率和高固着率、高牢度的新型染料,固然是最为有效的途径,但还应同步发展新型固色剂。一般要求固色剂必须具备以下性能:在水中具有良好的溶解性、对酸碱条件的稳定性、对温度等周围环境的稳定性、与其他助剂、纺织用树脂的并用性以及不含有害物质等的安全性;同时纺织品经过固色后所具备的性能有:色变小,保持原有的手感及风格,摩擦牢度、水洗牢度、日晒牢度高。

[0003] 目前,市场上的固色剂良莠不齐,绝大多数只是解决了耐水洗色牢度的问题,但是还没有解决耐沸水浸泡牢度的问题。虽然耐沸水浸泡牢度还没有正式的测试标准,但已成为许多印染企业考核色牢度的另一个简便方法。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法及其制得的固色剂,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0006] 一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0007] 1) 将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液;

[0008] 2) 将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为15-23:3-7,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:2-5;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理38-40min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1-2;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的3-5%,降至室温即得固色剂。

- [0009] 作为本发明进一步的方案:醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为17-21:4-6。
- [0010] 作为本发明进一步的方案:醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为19:5。
- [0011] 作为本发明进一步的方案:醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:4。
- [0012] 作为本发明进一步的方案:醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1.5。
- [0013] 作为本发明进一步的方案:哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的4%。
- [0014] 本发明的另一目的是提供所述制备方法制得的固色剂。
- [0015] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:
- [0016] 本发明制备工艺简单,在各组分的相互作用下制得的固色剂不含甲醛和APEO,能通过固色剂分子中的阳离子基团与染料中的阴离子基团进行静电结合,在织物表面形成不溶性的色淀,进而封闭染料的水溶剂基团,从而提高染色织物耐水洗牢度。本发明具有染色牢度高、提高干湿牢度、水洗色牢度、耐高温、环保、无污染的特点,生产成本低,性能稳定,适于工业化生产,具有广阔的市场前景。

### 具体实施方式

[0017] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

#### [0018] 实施例1

[0019] 本发明实施例中,一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0020] 1)将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液。

[0021] 2)将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为15:3,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:2;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理38min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的3-5%,降至室温即得固色剂。

#### [0022] 实施例2

[0023] 本发明实施例中,一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0024] 1)将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液。

[0025] 2)将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为23:7,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:5;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理40min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:2;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的5%,降至室温即得固色剂。

#### [0026] 实施例3

[0027] 本发明实施例中,一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0028] 1)将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液。

[0029] 2)将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为17:4,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:4;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理39min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1.5;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的4%,降至室温即得固色剂。

[0030] 实施例4

[0031] 本发明实施例中,一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0032] 1)将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液。

[0033] 2)将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为21:6,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:4;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理39min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1.5;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的4%,降至室温即得固色剂。

[0034] 实施例5

[0035] 本发明实施例中,一种轧染耐高温酸性固色剂的制备方法,由以下步骤组成:

[0036] 1)将三烯丙基胺与无水乙醇混合配制成质量浓度为28%的三烯丙基胺溶液;将水杨酸与去离子水混合配制成质量浓度为12%的水杨酸溶液。

[0037] 2)将醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰混合,升温至73℃,并在该温度下搅拌处理22min,然后边搅拌边滴加三烯丙基胺溶液,共滴加38min,滴加完后降至65℃并在该温度下搅拌处理50min,其中,醋酸乙烯酯与过氧化苯甲酰的质量比为19:5,醋酸乙烯酯与三烯丙基胺溶液的体积比为3:4;然后加入水杨酸,在82℃的温度下搅拌处理39min,其中醋酸乙烯酯与水杨酸溶液的体积比为5:1.5;然后在20min的时间中滴加哌啶,滴加完后在50℃的温度下搅拌处理42min,其中哌啶的加入量是醋酸乙烯酯质量的4%,降至室温即得固色剂。

[0038] 对比例1

[0039] 除无醋酸乙烯酯外,其制备过程与实施例5一致。

[0040] 对比例2

[0041] 除无哌啶外,其制备过程与实施例5一致。

[0042] 对比例3

[0043] 除无醋酸乙烯酯、哌啶外,其制备过程与实施例5一致。

[0044] 采用本发明实施例1-5及对比例1-3产品轧染固色的织物的性能检测与未固色的织物相比,其数据如表1所示。

[0045] 表1 性能检测数据

[0046]

	耐洗色牢度		耐摩擦色牢度		耐沸水牢度	耐日晒牢度
	蓝色	红色	干摩擦	湿摩擦		
实施例1	4.5	4.5	4.5	3	4.5	0.173
实施例2	4.5	4.5	4.5	3	4.5	0.181
实施例3	4.5	4.5	4.5	3.5-4	4.5	0.185
实施例4	4.5	4.5	4.5	3.5-3	4.5	0.186
实施例5	5	5	5	4	5	0.192
对比例1	4	3.4	3.4	2.3	1.2	0.082
对比例2	4.4.5	3.4	4	2.3	2	0.086
对比例3	4	3.4	3.4	2.3	1.2	0.023
未固色	2	3.4	4	2.3	3	-

[0047] 注：

[0048] 1、耐洗色牢度：按GB/T3921-2008《纺织品色牢度试验：耐皂洗色牢度》方法测定。

[0049] 2、耐摩擦色牢度：按GB/T3920-2008《纺织品色牢度试验：耐摩擦色牢度》方法测定。

[0050] 3、评定等级分别用GB/T250-2008变色灰色样卡和GB/T251-2008沾色灰色样卡。色度差  $\Delta CC$ ：用电脑测配色仪Gretag Macbeth Color-EYER 3100测出试样L\*,a\*,b\*,然后按CIELAB色差式计算。

[0051] 4、耐沸水浸泡牢度：将固色后的布样，按浴比1:20，在100℃的沸水中浸泡5-10min，然后取出布样，看残夜脚水掉色深浅。脚水颜色越深，级数越低。5级无色透明，最好，1级为颜色深，以此类推。

[0052] 采用本发明提供的无醛固色剂不含甲醛和APEO，能够通过固色剂分子中的阳离子基团与染料阴离子基团进行静电结合，在织物表面形成不溶性的色淀，进而封闭染料的水溶性基团，使染料的水溶性下降，从而提高染色织物的湿处理牢度；同时利用固色剂的成膜性能，可在纤维表面形成一层网状的薄膜，使染料的溶落减少，提高了活性染料染色织物的各项色牢度，固色效果良好，可应用于活性染料染棉织物的固色处理，可提高织物的耐水洗色牢度和沸水浸泡牢度。

[0053] 对于本领域技术人员而言，显然本发明不限于上述示范性实施例的细节，而且在不背离本发明的精神或基本特征的情况下，能够以其他的具体形式实现本发明。因此，无论从哪一点来看，均应将实施例看作是示范性的，而且是非限制性的，本发明的范围由所附权利要求而不是上述说明限定，因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在本发明内。

[0054] 此外，应当理解，虽然本说明书按照实施方式加以描述，但并非每个实施方式仅包

含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。