



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109183460 B

(45) 授权公告日 2021.05.11

(21) 申请号 201811398136.7

(22) 申请日 2018.11.22

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 109183460 A

(43) 申请公布日 2019.01.11

(73) 专利权人 香港理工大学  
地址 中国香港九龙红磡香港理工大学

(72) 发明人 简志伟 王燕茗

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 赵青朵

(51) Int. Cl.

D06P 3/14 (2006.01)

D06P 1/38 (2006.01)

D06P 1/90 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 107326700 A, 2017.11.07

CN 106521989 A, 2017.03.22

CN 107653707 A, 2018.02.02

CN 107151926 A, 2017.09.12

CN 105442359 A, 2016.03.30

Sawada, K et al. Dyeing of protein fiber in a reverse micellar system.《Dyes and Pigments》.2003, 第58卷(第2期), 第99-103页.

审查员 赵硕

权利要求书1页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

一种蛋白质纤维非水介质的染色方法

(57) 摘要

本发明提供了一种蛋白质纤维非水介质的染色方法,包括:S1、提供染液,该染液包括活性染料和封装所述活性染料微水相的反胶束溶液;该活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;该反胶束溶液由表面活性剂和辅助表面活性剂混合溶于有机溶剂形成,该表面活性剂为非离子型表面活性剂,该有机溶剂为C7以上的烷烃;S2、将蛋白质纤维在所述染液中进行浸染和固色,温度 $\leq 90^{\circ}\text{C}$ ,得到染色纤维。本发明羊毛等蛋白质纤维一浴一步法的染色和固色,利用反胶束封装活性染料微水相这种非水介质染色方法,无需加入盐,无需调节pH值,染色温度低。实验表明,染色后的羊毛没有明显的纤维损伤,且染色效果好。本发明可减少有色废水的处理量,对环境友好。

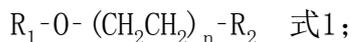
1. 一种蛋白质纤维非水介质的染色方法,按照以下步骤进行:

S1、提供染液,所述染液包括活性染料和封装所述活性染料微水相的反胶束溶液;所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;所述反胶束溶液由表面活性剂和辅助表面活性剂混合溶于有机溶剂形成,所述表面活性剂为非离子型表面活性剂,所述有机溶剂为C7~C9的烷烃;

S2、将蛋白质纤维在所述染液中进行浸染和固色,无需加入盐,无需加入固色剂,无需调节pH值,得到染色纤维;所述浸染和固色的温度不超过90℃;

所述表面活性剂为长链聚乙二醇醚,所述辅助表面活性剂为C5~C10烷基醇,所述辅助表面活性剂与表面活性剂的摩尔比为6~12:1。

2. 根据权利要求1所述的染色方法,其特征在于,所述长链聚乙二醇醚具有式1结构:



其中, $R_1$ 为H或C1~C4的烷基; $R_2$ 为C6~C18的烷基;n为7~12之间的整数。

3. 根据权利要求1所述的染色方法,其特征在于,所述表面活性剂在所述有机溶剂中的摩尔浓度为0.014~0.23mol/L。

4. 根据权利要求3所述的染色方法,其特征在于,所述有机溶剂为正庚烷、正辛烷和正壬烷中的一种或多种;所述辅助表面活性剂为C6~C8烷基醇。

5. 根据权利要求1所述的染色方法,其特征在于,所述染液按照以下步骤获得:

将活性染料溶于水,制成质量浓度为0.2%~12%的活性染料溶液;

将所述活性染料溶液与反胶束溶液搅拌混合,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。

6. 根据权利要求1~5任一项所述的染色方法,其特征在于,所述蛋白质纤维为羊毛纤维、羊毛纱线、羊毛针织物和羊毛机织物中的一种或多种。

7. 根据权利要求6所述的染色方法,其特征在于,所述蛋白质纤维为羊毛机织物,所述羊毛机织物与所述染液的浴比为50:1~8:1。

8. 根据权利要求7所述的染色方法,其特征在于,所述浸染和固色在一定频率持续振动的条件下进行,所述浸染和固色的总时间不超过60分钟。

9. 根据权利要求7所述的染色方法,其特征在于,所述固色后还包括:将染色纤维进行洗涤、干燥,得到干燥后的染色纤维。

## 一种蛋白质纤维非水介质的染色方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及蛋白质纤维染色技术领域,尤其涉及一种蛋白质纤维非水介质的染色方法。

### 背景技术

[0002] 羊毛是一种优良的天然蛋白质纤维,具有复杂的表面结构,其是纺织工业中最重要纤维之一。但也存在一些技术问题,如润湿性等。由于纤维外角质层存在大量的二硫键和纤维表面的脂肪酸,羊毛纤维表面是疏水性的。羊毛的表面形态在羊毛加工中起着重要的作用。

[0003] 工业生产中,羊毛织物的染色工艺可以采用酸性染料、金属络合染料和活性染料进行浸染,多年来这在工业实践中得到了广泛的应用。在羊毛的印染过程中,羊毛表面的疏水特性不利于加工。其中,亲水性活性染料在羊毛纤维基体中的扩散会受到阻碍。目前,羊毛染色是一种高温(接近100℃)、长时间在酸性到中性pH介质中的染色过程,以获得较好的染料渗透、最佳的色牢度和上染率。但是,这样容易造成手感粗糙、手感不佳和染色织物性能差的问题,导致影响消费者的穿着、护理和审美。并且,传统的活性染料羊毛水基染色(用水做介质)工艺中,在染色步骤需要加入大量的盐,在固色步骤用醋酸调节pH值,因此需要进行繁琐的废水处理,以减少废水在环境中的负荷。

### 发明内容

[0004] 有鉴于此,本申请提供一种蛋白质纤维非水介质的染色方法,采用该方法得到的染色纤维具有良好的手感和染色效果,并且工艺简便、能耗低,利于环境保护。

[0005] 本发明提供一种蛋白质纤维非水介质的染色方法,包括以下步骤:

[0006] S1、提供染液,所述染液包括活性染料和封装所述活性染料微水相的反胶束溶液;所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;所述反胶束溶液由表面活性剂和辅助表面活性剂混合溶于有机溶剂形成,所述表面活性剂为非离子型表面活性剂,所述有机溶剂为碳原子数目为7以上的烷烃;

[0007] S2、将蛋白质纤维在所述染液中进行浸染和固色,得到染色纤维;所述浸染和固色的温度不超过90℃。

[0008] 优选地,所述表面活性剂为长链聚乙二醇醚,所述辅助表面活性剂为C5~C10烷基醇,所述辅助表面活性剂与表面活性剂的摩尔比为6~12:1。

[0009] 优选地,所述长链聚乙二醇醚具有式1结构:

[0010]  $R_1-O-(CH_2CH_2)_n-R_2$ 式1;

[0011] 其中, $R_1$ 为H或C1~C4的烷基; $R_2$ 为C6~C18的烷基;n为7~12之间的整数。

[0012] 优选地,所述有机溶剂为C7~C9的烷烃,所述表面活性剂在所述有机溶剂中的摩尔浓度为0.014~0.23mol/L。

[0013] 优选地,所述有机溶剂为正庚烷、正辛烷和正壬烷中的一种或多种;所述辅助表面

活性剂为C6~C8烷基醇。

[0014] 优选地,所述染液按照以下步骤获得:

[0015] 将活性染料溶于水,制成质量浓度为0.2%~12%的活性染料溶液;

[0016] 将所述活性染料溶液与反胶束溶液搅拌混合,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。

[0017] 优选地,所述蛋白质纤维为羊毛纤维、羊毛纱线、羊毛针织物和羊毛机织物中的一种或多种。

[0018] 优选地,所述蛋白质纤维为羊毛机织物,所述羊毛机织物与所述染液的浴比为50:1~8:1。

[0019] 优选地,所述浸染和固色在一定频率持续振动的条件下进行,所述浸染和固色的总时间不超过60分钟。

[0020] 优选地,所述固色后还包括:将染色纤维(例如染色织物)进行洗涤、干燥,得到干燥后的染色纤维。

[0021] 与现有技术相比,本发明实施例采用反胶束封装活性染料微水相的染液,对蛋白质纤维进行染色和固色,温度不超过90℃;所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;反胶束溶液以非离子型表面活性剂为主,溶于碳原子数目为7以上的烷烃溶剂。本发明提供的染色方法是羊毛等蛋白质纤维一浴一步法的染色和固色,利用反胶束封装活性染料微水相的这种非水介质染色方法,无需加入盐,无需调节pH值,相比传统的羊毛织物水基染色温度至少低10℃。实验表明,本发明染色后的羊毛纤维没有明显的损坏,并且以最小的染色损失保证了染色效果,并且在洗涤过程中保持了较高的染色强度。本发明有机溶剂辅助的染色工艺方法可以显著减少水用量,减少有色废水的处理量,有机溶剂可以通过蒸馏工序回收,对环境友好。

#### 附图说明

[0022] 图1为本发明实施例1提供的非水介质染色工艺曲线图;

[0023] 图2为本发明比较例提供的水基染色工艺曲线图;

[0024] 图3为本发明在水和烷烃(辛烷或壬烷)介质中染色的红色、黄色和蓝色样品的校准曲线。

#### 具体实施方式

[0025] 下面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。

[0026] 本发明提供了一种蛋白质纤维非水介质的染色方法,包括以下步骤:

[0027] S1、提供染液,所述染液包括活性染料和封装所述活性染料微水相的反胶束溶液;所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;所述反胶束溶液由表面活性剂和辅助表面活性剂混合溶于有机溶剂形成,所述表面活性剂为非离子型表面活性剂,所述有机溶剂为碳原子数目为7以上的烷烃;

[0028] S2、将蛋白质纤维在所述染液中进行浸染和固色,得到染色纤维;所述浸染和固色的温度不超过90℃。

[0029] 采用本发明染色方法得到的蛋白质纤维具有良好的手感和染色效果,并且本发明工艺简便、能耗低,利于环境保护。

[0030] 本发明实施例首先配制染液,所述染液可包括浓缩的活性染料水溶液和封装所述活性染料微水相的反胶束溶液。具体地,可将活性染料溶于少量水,制成一定浓度的浓缩的活性染料水溶液;将所述活性染料溶液与反胶束溶液搅拌混合,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。在胶体化学中,这里的微水相也称为“水池”,英文是water pool。

[0031] 其中,反胶束的概念是:表面活性剂溶于非极性的有机溶剂中,当其浓度超过临界胶束浓度(CMC)时,在有机溶剂内形成的胶束即反胶束(reverse micelle),或称反相胶束。本发明所述的反胶束溶液由表面活性剂和辅助表面活性剂混合溶于有机溶剂中形成;其制备步骤可为:首先将表面活性剂和辅助表面活性剂通过搅拌进行预混合,然后将得到的混合物溶于有机溶剂中,得到有机表面活性剂溶液,其中含有表面活性剂反胶束结构。

[0032] 在本发明所述的反胶束溶液中,所述表面活性剂为非离子型表面活性剂,优选为长链聚乙二醇醚。在本发明的具体实施例中,所述长链聚乙二醇醚具有式1结构: $R_1-O-(CH_2CH_2)_n-R_2$ 式1;其中, $R_1$ 为H或C1~C4的烷基; $R_2$ 为C6~C18的烷基;n为7~12之间的整数。式1中, $R_1$ 选自氢(H)或碳原子数为1~4的烷基,例如甲基(CH<sub>3</sub>)。 $R_2$ 为线性或分支的碳原子数为6~18的烷基,即可为C6~C18的直链烷基,也可为C6~C18的支链烷基,优选为C8~C16的直链烷基。作为优选,所述非离子型表面活性剂为聚乙二醇-12-十三烷基醚,即式1中的 $R_1$ 为H, $R_2$ 为线性的C13烷基,n为12。

[0033] 本发明采用辅助表面活性剂,以加强有机溶剂中反胶束结构的稳定性。所述辅助表面活性剂优选为C5~C10烷基醇,更优选为C6~C8烷基醇,进一步优选为正辛醇(C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>OH)。所述辅助表面活性剂与表面活性剂的摩尔比优选为6~12:1,更优选为8:1。并且,在本发明中,所述有机溶剂为碳原子数目为7以上的烷烃,优选为C7~C9的烷烃,更优选为正庚烷、正辛烷和正壬烷中的一种或多种,进一步优选为正辛烷(C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>);而C6烷烃(己烷)不适用作本申请方法中的有机溶剂。所述表面活性剂在所述有机溶剂中的摩尔浓度优选为0.014~0.23mol/L,更优选为0.1~0.2mol/L,最优选为0.11mol/L。

[0034] 在本发明的优选实施例中,表面活性剂为聚乙二醇-12-十三烷基醚(C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>-(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>-OH),辅助表面活性剂为正辛醇,有机溶剂为正辛烷;正辛烷具有较高的沸点、燃点、合适的粘度,价格低廉,并且聚乙二醇-12-十三烷基醚和正辛醇在正辛烷中更容易形成稳定的反胶束溶液。

[0035] 得到非离子表面活性剂的反胶束溶液后,本发明实施例以非离子表面活性剂反胶束封装染料微水相,制成染液。本发明采用活性染料对蛋白质纤维进行染色,所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料。本发明所述的蛋白质纤维可以羊毛、蚕丝等天然蛋白质纤维,也可以为合成或半合成的蛋白质纤维;本发明实施例主要适用于羊毛染色。本发明对蛋白质纤维的产品状态没有特殊限制,即本发明方法可以染散纤维或纱线,也可以染织物。具体地,本发明实施例中蛋白质纤维可为羊毛纤维、羊毛纱线、羊毛针织物和羊毛机织物中的一种或多种,优选为羊毛机织物。

[0036] 并且,本发明对染料颜色没有特殊限制。所述活性染料可以为Realan EHF Red染

料、Realan EHF Blue染料、Realan EHF Yellow染料、Lanasol Red染料、Lanasol Blue染料或Lanasol Yellow染料等,还可以采用其他可溶于水的羊毛用活性染料。其中,Realan和Lanasol这两类染料的效果都较好。Realan EHF染料是专门染羊毛纤维,此反应性染料不包括金属盐掺杂及含有极微量可吸附有机卤化物,此染料可以大大降低废水的排卤量。Lanasol染料也是专门染羊毛纤维,它可以直接和羊毛的氨基反应,所染羊毛的颜色深度和均染度明显比其他的反应性染料好,但此染料不适合染棉。

[0037] 在配制染液时,本发明实施例先将活性染料溶于少量水,制成质量浓度为0.2%~12%的活性染料溶液,再应用于上文所述的反胶束体系中。具体地,将所述活性染料溶液缓慢注入所述反胶束溶液中并不断搅拌,直至溶液体系由浑浊转变为澄清,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。其中,所述活性染料溶液的质量百分比浓度优选为0.4%~12%。所述活性染料溶液与有机溶剂即烷烃的体积比可为0.01~0.063:1,优选为0.05~0.06:1,最优选为0.05:1;所述搅拌的速度可为400rpm~1000rpm。

[0038] 得到反胶束封装活性染料微水相的染液后,本发明实施例将蛋白质纤维浸泡在其中,然后置于振荡水浴中,进行染色和固色。本发明实施例主要对羊毛织物这种蛋白质纤维织物,进行一浴一步法的染色和固色。

[0039] 本发明实施例对所述羊毛织物的来源、规格等没有特殊限制,采用市售的羊毛机织物作为待染色的羊毛织物即可。通常,先对待染色的羊毛织物进行洗涤、干燥;具体包括:所述羊毛织物先在丙酮中浸泡,一定时间后再在室温下皂洗,使织物洁净;皂洗后,可用冷水彻底冲洗,并室温干燥,得到清洗后的织物。

[0040] 在本发明的具体实施例中,所述羊毛织物与反胶束封装活性染料溶液的染液的浴比可为50:1~8:1,优选为30:1~10:1。浴比是指1克织物对应的有机溶剂即烷烃的体积,即1克织物对应8mL至50mL的烷烃。并且,所述染液中活性染料与所述羊毛织物的质量比可为0.1%~6%。

[0041] 在本发明中,所述浸染和固色是在恒温条件下使织物吸附染色,直至吸附染色达到平衡,染料牢度地附着固定在织物上。本发明中染色和固色是在同一设备中进行,即称为一浴法。本发明所述浸染和固色的温度不超过90℃,优选为80~88℃。所述浸染和固色在一定频率持续振动的条件下进行,振动频率范围可为105次/分钟~120次/分钟,优选为110次/分钟。本发明所述浸染和固色为一浴一步法,总时间不超过60分钟,优选为45分钟~55分钟。

[0042] 所述固色后,本发明实施例还包括:将染色纤维进行洗涤、干燥,得到干燥后的染色纤维。具体包括:将染色织物取出,用清洗剂在热水浴中洗涤10分钟~20分钟,然后用水彻底冲洗,室温干燥。其中,所用清洗剂可以为洗衣粉液、肥皂等,洗衣粉液中洗衣粉的浓度范围可以为1g/L~3g/L,热水浴的温度优选为60~78℃。

[0043] 本发明染色工艺无需加入盐、任何染色助剂如匀染剂、任何固色剂,也不用加入酸进行pH调节,染色温度较低,并且染色时间较短,能耗低。本发明染色得到的羊毛织物的染色质量高,色牢度和匀度好,纤维损伤小。本发明有机溶剂介质、一浴一步方式的染色方法可以显著减少水用量,减少有色废水的处理量,有机溶剂可以通过蒸馏工序回收,方法简便,生产成本低,是环境友好型可持续工艺,适于工业化推广应用。

[0044] 为了进一步理解本申请,下面结合实施例对本申请提供的蛋白质纤维非水介质的

染色方法进行具体地描述。

[0045] 以下实施例中,所涉及的待染色的蛋白质纤维为市售的羊毛机织物(1克,73经/寸,60纬/寸),本发明实施例先将其在丙酮中浸泡5分钟,再在室温下用2g/L肥皂漂洗5分钟;皂洗后,用冷水彻底冲洗,并室温干燥,得到清洗后的织物。在进一步的实验前,在相对湿度为 $65\pm 2\%$ 、温度 $20\pm 2^\circ\text{C}$ 的条件下,所述清洗后的织物至少保持24小时。

[0046] 实施例中所用的非离子型表面活性剂为长链聚乙二醇醚,例如聚乙二醇-12-十三烷基醚( $\text{C}_{13}\text{H}_{27}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{12}-\text{OH}$ ) (试剂级),辅助表面活性剂为C6~C8烷基醇,例如正辛醇,有机溶剂为正辛烷或正壬烷等烷烃,溶剂和辅助表面活性剂均为试剂级。活性染料分别为Realan EHF Red染料(也称Realan Red EHF)、Realan EHF Blue染料、Realan EHF Yellow染料、Lanasol Red染料、Lanasol Blue染料、Lanasol Yellow染料等,均直接使用,无需进一步纯化。

[0047] 实施例1:利用非离子表面活性剂反胶束在正辛烷中的羊毛染色和固色(无盐)

[0048] 在室温下,用简单的注射法制备了一系列的非离子聚乙二醇-12-十三烷基醚反胶束。将0.0011mol (0.78g)的非离子性表面活性剂和0.0088mol (1.16g)的辅助表面活性剂(正辛醇)在烧杯中通过搅拌进行预混合,其摩尔比例为1:8。得到的混合物溶于10mL的正辛烷中,制成反胶束溶液。

[0049] 将一定量的Realan Red活性染料溶于极少量的水中,制成0.5mL质量百分比为5%的活性染料溶液,将该活性染料溶液缓慢注入进上述反胶束溶液中,注入后在600rpm转速下用力搅拌2分钟后溶液澄清,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。

[0050] 将羊毛织物(1克)浸没在所述反胶束封装活性染料微水相的染液中,其中Realan Red活性染料对比于1克织物的质量百分比为2.5%;并置于恒温振荡水浴锅中进行染色和固色,总时间为50分钟;温度为 $88^\circ\text{C}$ ,振动频率为110次/分钟。在染色和固色完毕后,将得到的染色羊毛织物浸没在25mL洗衣粉溶液(2g/L)中,随后置于 $78^\circ\text{C}$ 恒温振荡水浴锅中洗涤15分钟,振荡频率为110次/分钟。经过洗衣粉洗涤的羊毛再用水冲洗,并在室温下铺展晾干。

[0051] 染色和固色的工艺参数参见表1。染色工艺曲线参见图1,在 $30^\circ\text{C}$ 入染,即10分钟内将羊毛织物浸入反胶束封装活性染料微水相的染液中,以 $1^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的速率升温至 $88^\circ\text{C}$ ,染色和固色50分钟,染色和固色完毕后取出织物,以 $2^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的速率降温至 $78^\circ\text{C}$ ,洗涤20分钟。

[0052] 表1采用正辛烷或正壬烷的染色和固色的工艺参数

	参数	
[0053]	浴比(烷烃的体积对羊毛重量的比例, v/w)	10:1
	表面活性剂与辅助表面活性剂的摩尔比	1:8
	表面活性剂与水的摩尔比	0.04:1
	活性染料水溶液的体积(mL)	0.5
[0054]	染色和固色总时间(分钟)	50
	染色和固色温度( $^\circ\text{C}$ )	88

[0055] 实施例2

- [0056] 与实施例1相对应,不同之处在于,在本实施例中,采用正壬烷为有机溶剂。
- [0057] 实施例3~4
- [0058] 与实施例1相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料分别替换成Realan Blue活性染料、Realan Yellow活性染料。
- [0059] 实施例5~6
- [0060] 与实施例2相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料分别替换成Realan Blue活性染料、Realan Yellow活性染料。
- [0061] 实施例7~10
- [0062] 与实施例1相对应,其区别仅在于:染色过程制得的反胶束封装的活性染料微水相中,活性染料对比于1克织物的质量百分比依次为0.1%、0.5%、1.5%、3.5%。
- [0063] 实施例11~14
- [0064] 与实施例7~10相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Yellow活性染料。
- [0065] 实施例15~18
- [0066] 与实施例7~10相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Blue活性染料。
- [0067] 实施例19~22
- [0068] 与实施例2相对应,其区别仅在于:染色过程制得的反胶束封装的活性染料微水相中,活性染料对比于1克织物的质量百分比依次为0.1%、0.5%、1.5%、3.5%。
- [0069] 实施例23~27
- [0070] 与实施例19~22相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Yellow活性染料。
- [0071] 实施例28~32
- [0072] 与实施例19~22相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Blue活性染料。
- [0073] 比较例:利用水溶液的羊毛染色和固色(含盐)
- [0074] 将一定量的盐溶于50mL水,得到盐溶液。然后,含有活性染料和盐的染液用1wt.%醋酸调节pH值。盐溶液(硫酸钠 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )浓度、pH值相对应染料的质量百分比参见表2。
- [0075] 表2传统水基染色中不同质量百分比的Realan活性染料对应的盐浓度和pH

		浴比 50:1, 98°C					
[0076]	Realan 染料	染料%对羊毛纤维重量(%o.w.f)	0.1	0.5	1.5	2.5	3.5
	盐(硫酸钠)	g/L	2	2	2	2	2
	pH		5	4.5	4.2	4	3.8

- [0077] 羊毛织物(与实施例1相同)于30°C浸没在所述染液中,振荡10分钟。10分钟后,该染液以1°C/分钟的速率升温至98°C,振荡频率为110次/分钟。在98°C染色60分钟。染色完毕后,将染色羊毛织物浸没在肥皂溶液(2g/L)中,在78°C洗涤20分钟。洗涤后的羊毛织物再用水冲洗,并在室温下铺展晾干。在进一步实验前,在相对湿度为 $65 \pm 2\%$ 、温度 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 的条件下,干燥后的染色织物至少保持24小时。染色工艺曲线参见图2。

[0078] 并且,采用不同颜色的染料进行相同的对比。

[0079] 实施例33:

[0080] 1、分别对实施例和比较例得到的染色后的羊毛织物进行性能检测;其中,染色织物的上染率采用Color Eye 7000A分光光度计(X-Rite,Grand Rapids,MI,USA)测试。测试波长从400到700nm,间隔10nm。K/S值越大,羊毛织物的着色(颜色强度)越好。

[0081] 上染率的对比结果参见表3,以 $K/S_{sum}$ 值和百分比表示。表3结果显示,在反胶束辛烷和壬烷体系中染色的样品,其红、黄、蓝三种颜色的 $K/S_{sum}$ 值均高于在水中染色的样品,说明采用辛烷和壬烷染色体系可以获得比常规水基染色系统更好的颜色收率。结果表明,本发明反胶束染色在羊毛机织织物上的应用比传统的水基染色方法更加方便、高效、有效和环保,因为反胶束染色是在88℃的温度下进行的,比传统的水基染色方法低10℃。本发明反胶束染色工艺不需要加入盐,不需要调节染浴的pH值。

[0082] 表3不同染色介质的染色羊毛织物的上染率

Realan 染料	染料%对羊毛纤维重量(%o.w.f)	传统水基染羊毛	正辛烷染羊毛	正壬烷染羊毛
		K/S <sub>sum</sub>	K/S <sub>sum</sub>	百分比 (%)
红色	0.1	24.00	27.93	↑16.32
	0.5	75.90	85.14	↑12.18
	1.5	179.21	256.64	↑0.43
	2.5	279.95	377.98	↑0.35
	3.5	400.61	460.66	↑0.15
黄色	0.1	15.86	15.15	↓4.43
	0.5	44.71	52.03	↑16.36
	1.5	110.71	149.13	↑34.70
	2.5	174.23	232.44	↑33.41
	3.5	235.61	277.71	↑17.87
蓝色	0.1	21.93	23.95	↑9.19
	0.5	77.15	97.82	↑26.79
	1.5	200.79	290.20	↑44.52
	2.5	298.92	465.55	↑55.74
	3.5	414.46	575.31	↑38.81

[0084] 备注:正辛烷或正辛烷染羊毛样品的KS值与传统水染羊毛样品的KS值相比,有一定百分比的增大,表中的箭头即代表此上升的趋势,或者个别下降的趋势。

[0085] 2、图3显示了在水和烷烃(辛烷或壬烷)介质中染色的红色、黄色和蓝色样品的校准曲线,这是一幅 $K/S_{sum}$ 值与染料浓度(占织物重量百分比,%O.W.F)的关系图。用 $R^2$ 计算了校正曲线的线性度,这是一种广泛应用于测量回归的优度拟合的方法。 $R^2$ 值在0到1之间,其中0表示非线性,1表示结构上的线性。如图3和表4所示,水染织物的 $R^2$ 从0.997(水基,蓝色)至0.999(水基,黄色),而辛烷染色和壬烷染色织物的 $R^2$ 分别从0.976(辛烷染色,红)至0.987(辛烷染色,蓝)和从0.952(壬烷染色,黄)至0.980(壬烷染色,蓝)。结果表明,常规水基染色,及用反胶束体系辛烷、壬烷染色的样品的标定曲线几乎为线性,因此适合于计算机配色。

[0086] 表4在水和烷烃(辛烷或壬烷)介质中染色的红色、黄色和蓝色样品的 $R^2$ 值

染色方法	$R^2$ 值
传统水基染色(红色)	0.998

	传统水基染色 (黄色)	0.999
	传统水基染色 (蓝色)	0.997
	正辛烷染色 (红色)	0.976
[0088]	正辛烷染色 (黄色)	0.977
	正辛烷染色 (蓝色)	0.987
	正壬烷染色 (红色)	0.978
	正壬烷染色 (黄色)	0.952
	正壬烷染色 (蓝色)	0.980

[0089] 3、羊毛在碱溶解度的测定 (ISO3072)

[0090] 在碱的溶解度S,定义为碱溶解度实验后样品质量的损失,可以用百分数表示为如下的公式:

$$[0091] \quad S = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%$$

[0092] 式中,  $m_1$  是样品做碱溶解度实验前干燥后的质量;

[0093]  $m_2$  是样品做过碱溶解度实验的残余物在干燥后的质量。

[0094] 传统水基、辛烷和壬烷染色后的羊毛织物和未经染色的机织羊毛织物都做了碱溶解度实验,S的数值在8.1~9.75%之间,具体数据参见表5。结果显示,辛烷和壬烷染色后的羊毛织物和传统水染色后的羊毛织物的S值都非常接近,即用有机烷烃作为介质进行非水介质反胶束染羊毛织物,不会影响染色后羊毛织物的碱溶解度,说明了本发明染色后的羊毛织物没有明显的纤维损坏。

[0095] 表5通过测量羊毛织物质量的损失所决定的碱的溶解度S值

样品	机织羊毛	传统水基染羊毛	正辛烷染羊毛	正壬烷染羊毛
	S 值(%)	S 值(%)	S 值(%)	S 值(%)
[0096] 未经染色羊毛纤维	9.26			
红色 Realan 染料 1.5%		9.36	9.11	8.60
黄色 Realan 染料 1.5%		9.53	9.75	9.43
蓝色 Realan 染料 1.5%		8.85	9.59	8.11

[0097] 实施例34:

[0098] 在本实施例中,非离子性表面活性剂为聚乙二醇-12-十三烷基醚。在室温下,将0.00139mol的非离子性表面活性剂和0.00973mol的正辛醇在烧杯中通过搅拌进行预混合,其摩尔比例为1:7,混合后溶于12mL正辛烷中,制成反胶束溶液。

[0099] 将一定量的Realan Red活性染料溶于少量水中,制成0.5mL质量百分比为7%的活性染料溶液,将该活性染料溶液缓慢注入进上述反胶束溶液中,注入后在800rpm转速下用力搅拌5分钟后溶液澄清,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。

[0100] 将1g羊毛织物的样品以一定浴比为12:1的比例浸没在反胶束封装活性染料微水相的染液中,其中活性染料对比于1克织物的质量百分比为3.5%;并置于恒温振荡水浴锅

中进行染色和固色,振动0.6小时,温度为80℃,振动频率为105次/分钟。在染色和固色完毕后,将得到的染色羊毛织物浸没在25mL洗衣粉溶液(2g/L)中,随后置于78℃恒温振荡水浴锅中洗涤15分钟,振荡频率为110次/分钟。经过洗衣粉洗涤的羊毛再用水冲洗,并在室温下铺展晾干。

[0101] 实施例35:

[0102] 在本实施例中,非离子性表面活性剂为聚乙二醇-12-十三烷基醚。在室温下,将0.00139mol的非离子性表面活性剂和0.0125mol的正辛醇在烧杯中通过搅拌进行预混合,其摩尔比例为1:9,混合后溶于20mL正辛烷中,制成反胶束溶液。

[0103] 将一定量的Realan Red活性染料溶于极少量的水中,制成0.5mL质量百分比为3%的活性染料溶液,将该活性染料溶液缓慢注入进上述反胶束溶液中,注入后在1000rpm转速下用力搅拌5分钟后溶液澄清,得到反胶束封装活性染料微水相的染液。

[0104] 将1g羊毛织物的样品以一定浴比为20:1的比例浸没在反胶束封装活性染料微水相的染液中,其中活性染料对比于1克织物的质量百分比为1.5%;并置于恒温振荡水浴锅中进行染色和固色,振动0.8小时,温度为85℃,振动频率为120次/分钟。在染色和固色完毕后,将得到的染色羊毛织物浸没在25mL洗衣粉溶液(2g/L)中,随后置于60℃恒温振荡水浴锅中洗涤15分钟,振荡频率为110次/分钟。经过洗衣粉洗涤的羊毛再用水冲洗,并在室温下铺展晾干。

[0105] 实施例36:

[0106] 与实施例1相对应,不同之处在于,在本实施例中,染色过程制得的反胶束封装的活性染料微水相中,活性染料对比于1克织物的质量百分比为4.5%。

[0107] 实施例37:

[0108] 与实施例34相对应,不同之处在于,在本实施例中,染色过程制得的反胶束封装的活性染料微水相中,活性染料对比于1克织物的质量百分比为6.0%。

[0109] 实施例38-41:

[0110] 实施例38-41与实施例34-37相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Blue活性染料。

[0111] 实施例42-45:

[0112] 实施例42-45与实施例34-37相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成Realan Yellow活性染料。

[0113] 实施例46-50:

[0114] 实施例46-50与实施例1、34-37相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成LanasolRed活性染料。

[0115] 实施例51-55:

[0116] 实施例51-55与实施例1、34-37相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成LanasolBlue活性染料。

[0117] 实施例56-60:

[0118] 实施例56-60与实施例1、34-37相对应,其区别仅在于将Realan Red活性染料替换成LanasolYellow活性染料。

[0119] 实施例61:

[0120] 与实施例1相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为线性的C12烷基。

[0121] 实施例62:

[0122] 与实施例1相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为分支的C11烷基。

[0123] 实施例63:

[0124] 与实施例1相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为线性的C14烷基。

[0125] 实施例64:

[0126] 与实施例61相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为分支的C12烷基。

[0127] 实施例65:

[0128] 与实施例62相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为线性的C11烷基。

[0129] 实施例66:

[0130] 与实施例63相对应,不同之处在于,非离子性表面活性剂的分子式中 $R_2$ 为分支的C14烷基。

[0131] 实施例67:

[0132] 与实施例1相对应,不同之处在于,将正辛烷替换成正庚烷。

[0133] 实施例68:

[0134] 与实施例1相对应,不同之处在于,将正辛醇替换成正壬醇。

[0135] 实施例69:

[0136] 与实施例2相对应,不同之处在于,将正辛醇替换成正庚醇。

[0137] 由以上实施例可知,本发明采用反胶束封装活性染料微水相的染液,对羊毛织物进行染色和固色,温度不超过90℃;所述活性染料为可溶于水的蛋白质纤维用活性染料;反胶束溶液以非离子型表面活性剂为主,溶于碳原子数目为7以上的烷烃溶剂。本发明提供的染色方法是羊毛等蛋白质纤维一浴一步法的染色和固色,利用反胶束封装活性染料微水相的这种非水介质染色方法,不需要加入盐,无需调节pH值,相比传统的羊毛织物水基染色方法,其温度至少低10℃。从碱溶解度实验可以表明,本发明染色后的羊毛没有明显的纤维损伤,并且以最小的染色损失保证了染色效果,以及在洗涤过程中保持了较高的染色强度。本发明中有机溶剂辅助的染色工艺方法可以显著减少水用量,减少有色废水的处理量,有机溶剂可以通过蒸馏工序回收,对环境友好。

[0138] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于使本技术领域的专业技术人员,在不脱离本发明技术原理的前提下,是能够实现对这些实施例的多种修改的,而这些修改也应视为本发明应该保护的范围。

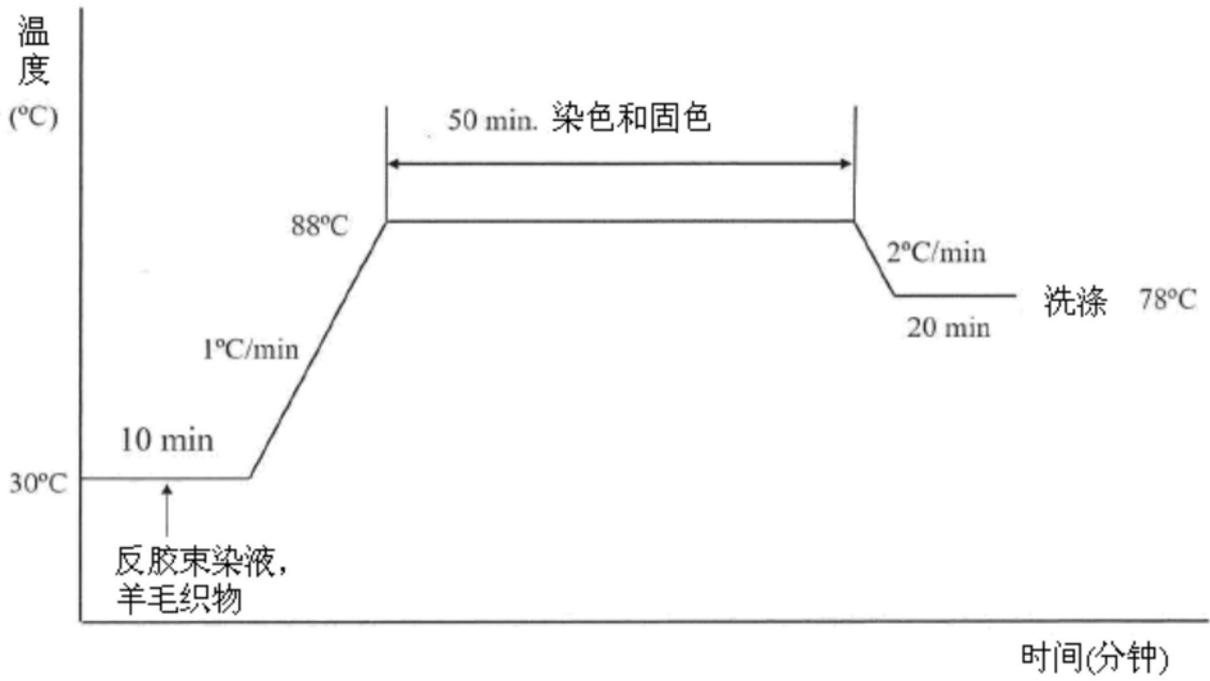


图1

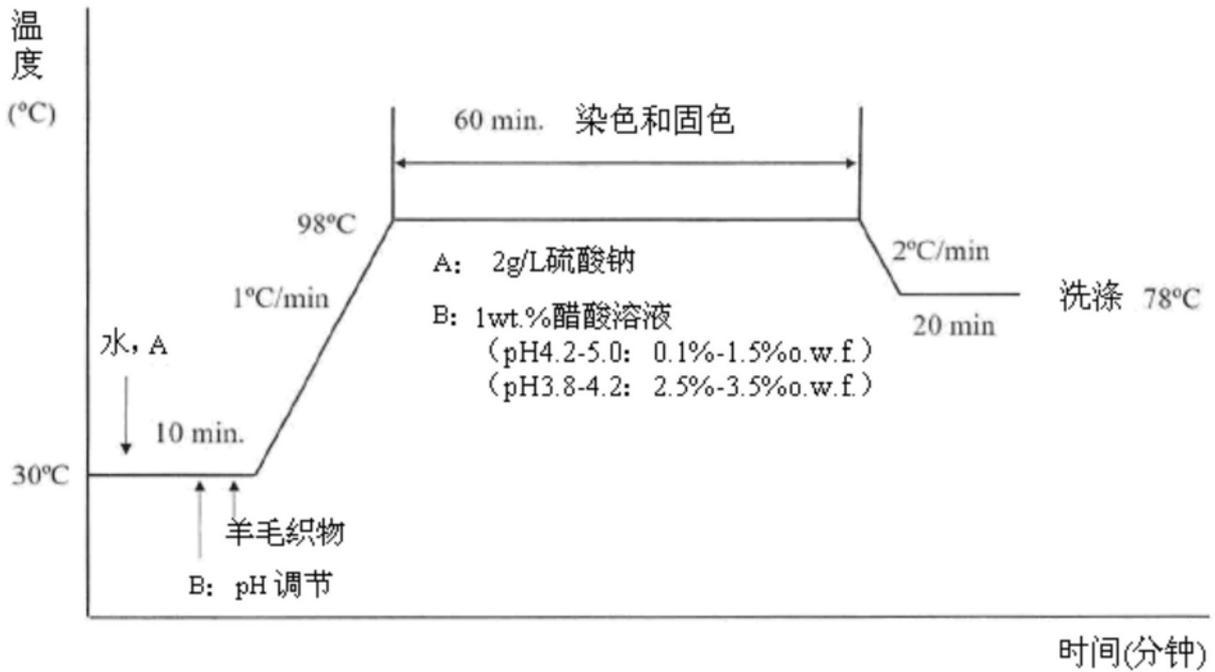


图2

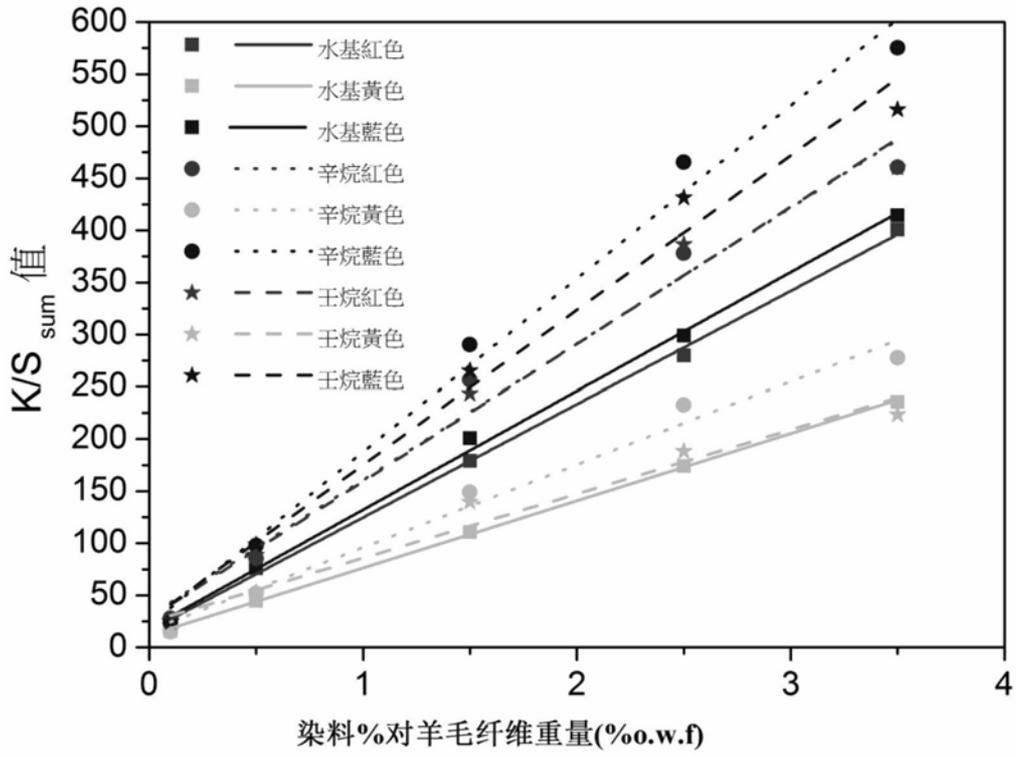


图3