



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410085281.1

[45] 授权公告日 2007 年 10 月 24 日

[11] 授权公告号 CN 100344824C

[22] 申请日 2004.10.18

[21] 申请号 200410085281.1

[73] 专利权人 香港理工大学

地址 香港九龙红磡

[72] 发明人 李毅 宋庆文 胡军岩

[56] 参考文献

JP7279053 A 1995.10.24

JP2000044598 A 2000.2.15

JP6306772 A 1994.11.1

审查员 鲁鹏

[74] 专利代理机构 隆天国际知识产权代理有限公司

代理人 王玉双 高龙鑫

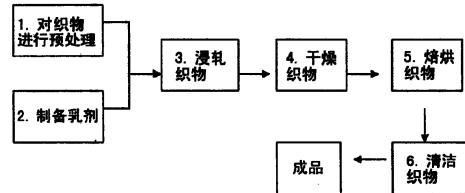
权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 8 页

[54] 发明名称

一种织物功能整理助剂及其制备和应用方法

[57] 摘要

本发明涉及一种织物功能整理助剂及其制备和应用方法，其中整理织物的功能助剂中含有纳米级天然蛋白纤维粉末，其重量百分比为 0.5% 到 5%；粘合剂，其重量百分比为 0.5% 到 1.5%；柔软剂，其重量百分比为 0.5% 到 1.5%；无机纳米功能材料，其重量百分比为 0.5% 到 2.5%；余量为水。其制备过程包括：配制该助剂；通过高效分散设备分散该助剂；以及过滤制备好的该助剂，用以去除大的和聚集的颗粒。本发明通过纳米级天然纤维粉末的助剂对该织物进行整理，通过以纳米级天然纤维颗粒作为主要成分的功能试剂制备配方以及一些无机纳米功能材料可以提高织物性能，例如抗紫外线、红外(IR)增强和抗菌等性能。



1. 一种整理织物的助剂，其特征在于该助剂中包含：
纳米级天然蛋白纤维粉末，其重量百分比为 0.5%到 5%；
粘合剂，其重量百分比为 0.5%到 1.5%；
柔软剂，其重量百分比为 0.5%到 1.5%；
无机纳米功能材料，其重量百分比为 0.5%到 1.5%；
其余量为水。
2. 如权利要求 1 所述的整理织物的助剂，其特征在于所述纳米级天然蛋白纤维粉末为纳米级蚕丝粉末或纳米级羊毛粉末。
3. 如权利要求 1 所述的整理织物的助剂，其特征在于所述无机纳米功能材料是金属氧化物、无机盐复合材料和含重金属离子的纳米颗粒中的至少一种。
4. 如权利要求 1 所述的整理织物的助剂，其特征在于所述粘合剂为苯乙烯/丙烯酸共聚物、丙烯酸自交联共聚物或丙烯酸丁酯和丙烯酸乙酯。
5. 如权利要求 1 所述的整理织物的助剂，其特征在于所述柔软剂是硅或聚氨酯树脂。
6. 如权利要求 1-5 中任一项所述的整理织物的助剂，其特征在于该助剂中还含有交联剂、润湿剂和分散剂中的至少一种，其重量百分比为 0.5%到 1.5%。
7. 如权利要求 6 所述的整理织物的助剂，其特征在于所述交联剂为具有至少两个自由羟基组的化合物；所述润湿剂为油酸二乙醇酰胺；所述分散剂为乙醇乙氧基化物、脂肪酸乙氧基化物或脂肪醇乙氧基化物。
8. 一种制备权利要求 1 所述助剂的方法，其特征在于所述助剂的制备步骤包括：
配制该助剂；
通过高效分散设备分散该助剂；以及
过滤制备好的该助剂，用以去除大的和聚集的颗粒。
9. 一种采用权利要求 1 所述助剂整理织物的方法，其特征在于该整理方法至少包括下述步骤：

在所述助剂中浸泡和浸轧织物；以及
干燥和焙烘织物。

10. 如权利要求9所述的整理织物的方法，其特征在于所述助剂的制备
步骤包括：

配制该助剂；
通过高效分散设备分散该助剂；以及
过滤制备好的该助剂，用以去除大的和聚集的颗粒。

一种织物功能整理助剂及其制备和应用方法

技术领域

本发明涉及一种用于整理织物的助剂及其制备和应用方法，其适用于纤维素织物的功能整理，整理后的织物具有良好的洗涤性，可用以改进成品面料的性能，如抗紫外线（UV）、红外增强、抗菌等性能。

背景技术

随着人们对生态和环境问题关注程度的加深，各国对纺织品及服装在穿着使用过程中对衣物的安全性、舒适性和功能性的需求越来越高，人们除了要求衣物具有基本的保暖功能之外，还要求其具有其他的额外功能。抗紫外线、湿度控制、热量控制以及防皱防水的织物已被广泛研究了数十年。目前有许多的公知技术被用来改进具有不同功能作用和/或整理的织物，例如，用以提高织物的抗紫外线性能（参考美国专利 6,607,994, 6,565,924, 6,037,280），抗菌性能（参考美国专利 6,596,657, 6,541,138），液态水管理性能（参考美国专利 6,509,285, 6,432,504, 6,427,493, 6,341,505, 6,277,469, 5,315,717, 5,735,145, 4,411,660, 20020064639 A1）等等。

而天然纤维因其独特的固有特性从远古开始就被广泛地用作织物材料，并且仍然在现代生活中发挥着重要的作用，目前也出现了一些关于天然纤维的其他的创新应用，即将天然纤维弄碎成细粉末并涂在织物表面上或混合进化妆品中，以提高其功能特性。

日本专利公开号 39—1941, 61—36840, 4—300369 中就报道了蚕丝纤维可被弄碎成细粉末来加以利用。并且，细的蚕丝粉末已被广泛地应用于化妆品的制备（参考美国专利 6,562,322, 6,524,598, 6,497,889, 6,464,964）。PCT 专利申请 WO2004055250 也公开了一种用于将天然有机物质粉碎成纳米级纤维材料的方法：清洗天然有机物质的原料并用普通设备干燥，用普通的机械粉碎机将所准备的天然有机物质粗略地粉碎为长度约为 500 μm 的颗粒，然后将这些粗颗粒和纯水混合成悬浮液，并通过专用的超声粉碎机将粗颗粒

粉碎为直径和长度都小于 $20\mu\text{m}$ 的细颗粒，之后将包含于悬浮液中的细颗粒高压输送到纳米碰撞机将所述悬浮液分成两部分彼此进行碰撞，并且产生振动以使所述原料具有纳米级尺寸，此外，如需要干燥纳米级有机物质，还可以使用普通喷雾干燥器干燥所述纳米颗粒，由此，有机物质可以经上述步骤很容易并有效地被粉碎为纳米级颗粒。

目前也有关于羊毛粉末相关应用的报道。例如，美国专利 5,718,954 就公开了一种包括有天然有机物质的细粉末的物质，其中，蚕丝粉末、羊毛粉末、纤维素粉末和甲壳素粉末被用于制造具有极好的吸湿/放湿特性的热塑薄膜。在该专利中，作为细颗粒的极细的蚕丝蛋白质颗粒可以通过下面的步骤生产：第一步是用干式机械粉碎机将蚕丝蛋白粉碎成粗颗粒；第二步是用干式机械粉碎机将粗的蚕丝蛋白颗粒粉碎成细颗粒；第三步是用干式机械粉碎机将细的蚕丝蛋白颗粒粉碎成具有平均颗粒直径为 $10\mu\text{m}$ 或更低的极细颗粒。

虽然公知有多种整理织物以使其具有特定功能的方式，但是在现有技术中，如何利用天然材料来实现织物的多功能特性仍是被广泛研究的课题。此外，对纳米级纤维材料的应用研究也越来越多地受到人们的关注。

发明内容

本发明的目的在于应用纳米级天然纤维粉末来整理织物以提高具有极好耐用性的织物的多功能特性，其可通过以纳米级天然颗粒作为主要成分的功能试剂制备配方以及一些无机纳米功能材料，来提高织物性能，例如抗紫外线，红外（IR）增强，抗菌等性能。

由此，本发明提供了一种整理织物的助剂，该助剂中包含：纳米级天然蛋白纤维粉末，其重量百分比为 0.5% 到 5%；粘合剂，其重量百分比为 0.5% 到 1.5%；柔软剂，其重量百分比为 0.5% 到 1.5%；无机纳米功能材料，其重量百分比为 0.5% 到 2.5%；其余量为水。

本发明还提供一种制备上述助剂的方法，其制备步骤包括：根据上述配方配制该助剂；通过一台高效分散装置，如超声装置，分散该助剂；以及过滤制备好的该助剂，用以去除大的和聚集的颗粒。

本发明又提供一种采用上述助剂整理织物的方法，该整理方法至少包括

下述步骤：所述助剂中浸泡和浸轧织物；以及干燥和焙烘织物。

通过上述步骤整理的织物具有多种有益的性能，例如抗紫外线、红外增强、抗菌等。并且由于本发明所使用的主要成份是天然产品（细蚕丝粉末和羊毛粉末），其不需要特别的设备和整理技术。同时，蚕丝粉末和羊毛纳米粉末将使织物具有更好的湿度调节性能和更好的表面特性。另外通过以上步骤，可以使得经整理的织物具有独特的抗紫外线、抗菌和防臭以及红外增强等功能，并具有令人满意的耐用性，尤其适于抗紫外线，此外经上述整理的织物的 UPF 值（即紫外线对未防护的皮肤的平均辐射量的比值）不会随标准洗涤周期的增加而降低。再者，本发明只是需要简单的浸轧—干燥—焙烘过程对织物进行整理，其采用了最普通的设备，整理过程简单，并可在今天的纺织工业中被广泛应用。

下面将结合附图，详细介绍本发明的具体实施例及相应的试验结果，本发明的目的、技术方案及优点可由此得到更好的理解。

附图说明

图 1 为本发明整理方法的流程框图；

图 2 为粉碎后蚕丝粉末颗粒尺寸的分布图；

图 3 为粉碎后羊毛粉末颗粒尺寸的分布图；

图 4 为无机材料 MN6Z (ZnO) 的尺寸分布图；

图 5 为未整理的典型棉制纤维表面的形态图；

图 6 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米羊毛（配方 Wco1）整理的棉制纤维表面的形态图；

图 7 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米羊毛（配方 Wco2）整理的棉制纤维表面的形态图；

图 8 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米蚕丝（配方 Sco1）整理的棉制纤维表面的形态图；

图 9 为织物直接反射红外线的强度对比图；

图 10 为织物反射面达到稳定阶段所需时间的对比图；

图 11 为在动态阶段反射面上散射的总的红外能量对比图；

图 12 为抗菌环测试法进行的抗菌性试验的结果示意图，其中左侧针对

的是大肠杆菌；右侧针对的是金黄色葡萄球菌（其样本是经过具有配方 Sco2 的助剂整理过的织物）。

具体实施方式

现在将通过具体实例详细说明本发明的使用纳米蛋白质材料和无机纳米材料的纺织品的整理方法。

下面为按照本发明方法制备功能织物的一种统一集中的整理方法的实例，其具体步骤如下：

1、对织物进行预整理：预洗，使织物清洁并亲水。

2、制备助剂：

a)根据配方制造该助剂（其配方将具体在后面进行说明）；

b)通过一超声装置以大约 1kW 的强度及工作 2.5 秒，停 1 秒的时间间隔分散该助剂至少 20 分钟；

c)使制备好的该助剂通过— 300 目的筛网过滤器，用以去除大的和聚集的颗粒。

3、在环境温度为 20~30℃下，将该织物浸泡到制备好的该助剂中，浸轧并保持其干燥重量大约在 70~80%之间。

4、在 80℃到 100℃的温度范围内干燥大约 2 到 5 分钟。

5、在 140℃到 160℃的温度下焙烘大约 2 到 4 分钟。

6、清洁该织物：

a)在环境温度下，以浓度为 2.5g/L 的阴离子洗涤剂在家用洗衣机中洗涤 6—12 分钟，其中浴比为 1: 20，并漂洗 3 分钟；

b)再次进行干燥。

上述整理过程中的纳米功能助剂的配方包括如下组分，其中单位“wt”为重量百分比：

- (1) 纳米级天然蛋白纤维粉末（有机纳米功能材料） 0.5%到 5% (wt)
- (2) 粘合剂 0.5%到 1.5% (wt)
- (3) 柔软剂 0.5%到 1.5% (wt)
- (4) 无机纳米功能材料 0.5%到 1.5% (wt)
- (5) 其他化学制品（交联剂、润湿剂、分散剂等） 0.5%到 1.5% (wt)

(6) 其余量为水。

在本配方中，有机纳米功能材料可由蚕丝或羊毛纤维，或其他基于蛋白质的材料制备。在 PCT 专利申请 W0200455250 中公开了一种用于将天然有机物质粉碎成纳米级纤维材料的方法，本发明的天然纤维（蚕丝或羊毛）就是按照该 PCT 专利申请所揭露的方法粉碎成超细级的物质，其最终弄碎的羊毛和蚕丝纤维颗粒的尺寸分布结果请参考图 2 和图 3。图 2 示出了初始直径大约为 15 到 25 μm 的蚕丝天然纤维被粉碎成大约 100nm 的尺寸分布结果图。图 3 则示出了初始直径大约为 15 到 25 μm 的羊毛天然纤维被粉碎成大约 100nm 的尺寸分布结果图。由图 3 可得出约有 12.37% 的羊毛颗粒的大小为 0.0733 μm 。此外，图 4 还示出了另一种从市场上买到的无机纳米功能材料颗粒的尺寸分布。

在上述配方中，粘合剂可以是基于丙烯酸的聚合物，例如苯乙烯/丙烯酸共聚物，丙烯酸自交联共聚物或丙烯酸丁酯和丙烯酸乙酯等。

柔软剂可以是硅、脂肪酰胺或聚氨酯树脂。

无机纳米功能材料可是从市场上买到的或在实验室中制备的任何功能材料，例如金属氧化物（ZnO、TiO₂）、无机盐复合材料（STK）和含重金属离子的纳米颗粒（含银离子（Ag⁺）的纳米颗粒）等等，其都能提供额外的功能。

其他化学制品可以包括交联剂、润湿剂、分散剂等等，其中交联剂可以是具有两个或更多个自由羟基组的有机化学制品，例如聚乙二醇（PEG）等；润湿剂可以是硫酸脂肪和油酸二乙醇酰胺类型的化学制品；分散剂可以是乙醇乙氧基化物、脂肪酸乙氧基化物或脂肪醇乙氧基化物等。

根据上述配方，下面将列举四个实施例来具体说明具有纳米蚕丝或羊毛材料的纳米功能整理助剂的配方。

实施例 1 为具有抗紫外线性能的纳米蚕丝功能整理助剂的配方 Sco1，其主要成分列于表 1。其中，单位“g/L”中的“每升”是配置好的助剂的容积。

表 1
(配方 Sco1)

组分	(g/L)
----	-------

纳米蚕丝粉末	10
MN6Z (ZnO 纳米粉末)	10
粘合剂	20
柔软剂	15
PAL/LAP (分散剂)	16
NI (润湿剂)	2

实施例 2 为具有抗紫外线性能的纳米羊毛功能整理助剂配方 Wc01，其主要成分列于表 2。在配方 Wc01 中，纳米羊毛材料（溶液）包含有重量百分比为 3.5% 的羊毛。

表 2
(配方 Wc01)

组分	(g)
纳米羊毛材料（溶液）	1000ml
粘合剂	20
柔软剂	15
PAL/LAP (分散剂)	15
NI (润湿剂)	2
MN6Z (ZnO 纳米粉末)	10
PEG400 (交联剂)	15

实施例 3 为具有抗紫外线和抗菌性能的纳米蚕丝功能整理助剂配方 Sco2，其主要成分列于表 3。织物在被配方 Sco2 中的功能纳米蚕丝和无机材料 STK 整理过之后能够具有独特的抗菌和抗紫外线性能。其中，单位“g/L”中的“每升”是配置好的助剂的容积。

表 3
(配方 Sco2)

组分	(g/L)
----	-------

纳米蚕丝粉末	10
STK (功能抗菌纳米粉末)	10
粘合剂	20
柔软剂	20
PAL/LAP (分散剂)	20
NI (润湿剂)	1
MN6Z (ZnO 纳米粉末)	10

实施例 4 为用于红外增强的纳米羊毛功能整理助剂配方 Wco2，其主要成分列于表 4。在配方 Wco2 中，该纳米羊毛材料（溶液）包含有重量百分比为 3.5% 的羊毛。并且在被配方 Wco2 中的功能纳米羊毛和无机材料（ZnO 纳米粉末）整理过之后，该纤维将具有独特的红外吸收和抗紫外线性能。

表 4
(配方 Wco2)

组分	(g)
纳米羊毛材料（溶液）	1000ml
粘合剂	15
柔软剂	10
PAL/LAP (分散剂)	15
NI (润湿剂)	2
MN6Z (ZnO 纳米粉末)	10
STK (功能抗菌纳米粉末)	10
PEG400 (交联剂)	15

通过以上所揭示的应用纳米级天然纤维粉末来整理织物的方法以及不同助剂的配方，可以使织物具有各种不同的功能特性。下面将通过几个实验来对比分析经整理的织物与未经整理的织物之不同。

1. 扫描电子显微镜 (SEM) 试验

请参考图 5—图 8，其分别是通过扫描电子显微镜获得的整理过程中纤

维表面形态改变的典型特征图形。其中，图 5 为未整理的典型棉制纤维表面的形态图；图 6 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米羊毛助剂（配方 Wco1）整理过的棉制纤维表面的形态图；图 7 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米羊毛助剂（配方 Wco2）整理过的棉制纤维表面的形态图；图 8 为在 35 个标准洗涤周期之后经纳米蚕丝助剂（配方 Sco1）整理过的棉制纤维表面的形态图。

与典型的未整理的棉纤维表面相比，可以发现在分别用纳米蚕丝功能整理助剂和纳米羊毛功能整理助剂对织物进行整理之后，包含有纳米蚕丝粉末或纳米羊毛颗粒和功能纳米粉末的薄膜形成并固定在织物纤维的周围。这种在纤维上的具有独特耐用性的膜将影响该织物表面的特性、抗紫外线性能以及其他有价值的特性，如红外增强和抗菌等特性。

2. 紫外线特性（UPF）试验

在 CARY 300 紫外—可见光分光光度计上按照下面的 AS/NZS 4399—1996 标准对经整理的棉织物进行抗紫外线特性的试验。这里总共列举了 3 种棉织物，其包括具有不同重量和织物结构的编织和机织的类型。

试验结果被分别列于下面的表 5，通过对比可以看到无论标准洗涤周期为多少次，通过纳米蚕丝功能整理助剂和纳米羊毛功能整理助剂整理过的织物的 UPF 值显著提高了。

表 5

棉织物	A	B	C
纤维	100% 棉	100% 棉	100% 棉
结构	编织（白）	斜纹编织（白）	平纹编织（白）
重量 (g/m ²)	278	241	120
最初的 UPF	22	17	6
助剂配方	Sco1 Wco1	Sco1	Sco1 Wco1
整理后的 UPF	63 69	213	51 121
洗涤 50 次后的 UPF	135 162	136	44 98

3. IR 增强特性试验

合成的聚乙烯树脂（PE）针织物按配方 W_{co2} 再次整理，织物的红外发射特性可通过一种新研制的名为“织物红外管理特性检测仪”的仪器表现出来，其能被用于测量分别在织物的上（反射）面和底（传导）面上的红外发射强度的变化，并且产生一系列指数以描述 IR 处理特性。

参考图 9-11，图 9 为织物直接反射红外线强度的对比图，其示出了经整理的和未经整理的织物之间的区别，可以看到经整理后的织物反射红外线的强度明显被降低了。图 10 为织物反射面达到稳定阶段所需时间的对比图，从图 10 中可以看到经整理的织物需要更多的时间才能达到红外发射的稳定阶段。图 11 为在动态阶段反射面上发射的总的红外能量对比图，从图 11 中可以看到经整理的织物在动态阶段的反射面能够发射出更多的红外能量。

4. 抗菌特性试验

在该实施例中采用抗菌环的方法来探测经整理的织物的抗菌特性。参考图 12，其为抗菌环法对经由配方 S_{co2} 制备的助剂整理过的织物进行抗菌活性试验的结果示意图，其中左侧针对的是大肠杆菌；右侧针对的是金黄色葡萄球菌，另外该织物的样本是经过具有配方 S_{co2} 的助剂整理过的织物。从图 12 中可以看到，经整理的织物周围有一显著的抗菌环，显示出该织物具有抗菌效果。

由上述试验结果可以看到，本发明的使用纳米蛋白质材料和无机纳米材料对纺织品进行整理的方法，提高了织物的多方面的性能。

另外，本发明可作为一种新技术被广泛地用于具有高附加值的高性能纺织品上，由于蚕丝和羊毛是来自天然的材料，他们适应于环境并且对人类是安全的。在通过上述的技术整理之后，棉织物可以保持其固有的柔软手感、保水性等特性，而不会改变该材料的机械特性，可以充分地看到该材料的高性能，如织物将具有更好的湿度调节性能和更好的表面特性、独特的抗紫外线功能、抗菌和防臭以及红外增强功能等，这些都会吸引消费者，并且这种高性能的纺织品适于夏季的休闲衣物、内衣裤以及医用产品，例如绷带、病人服，其市场潜力是非常大的。

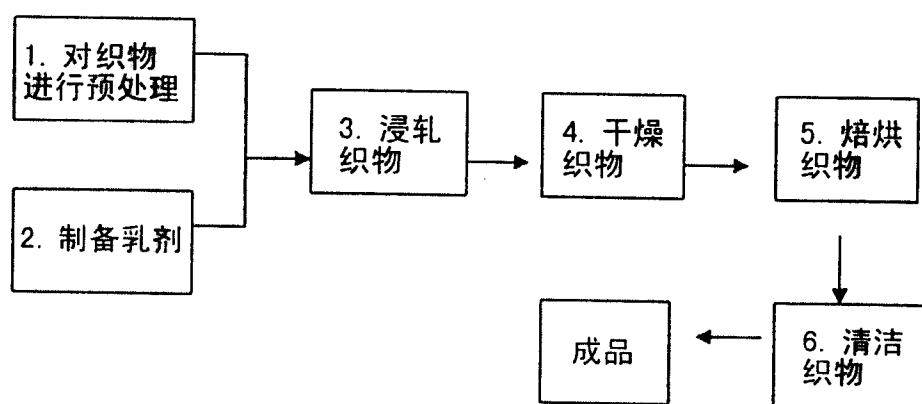


图 1

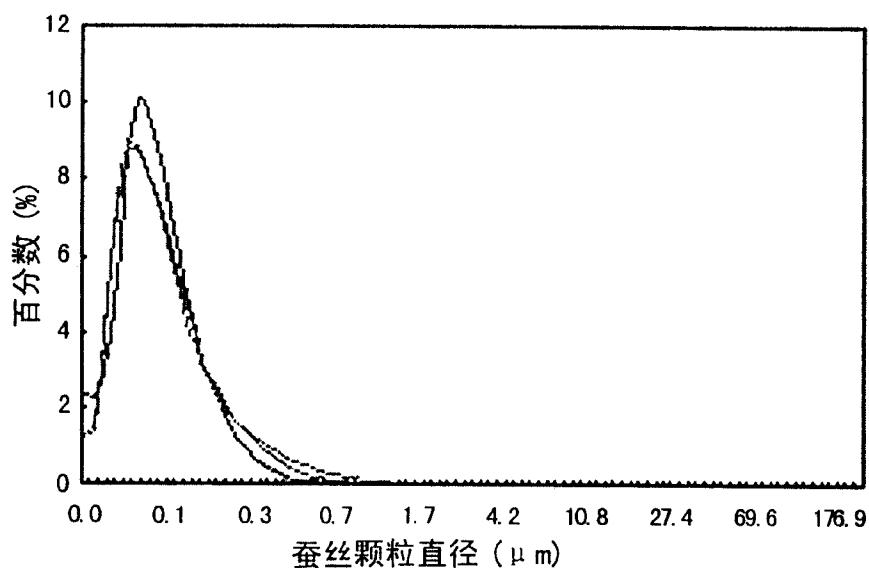


图 2

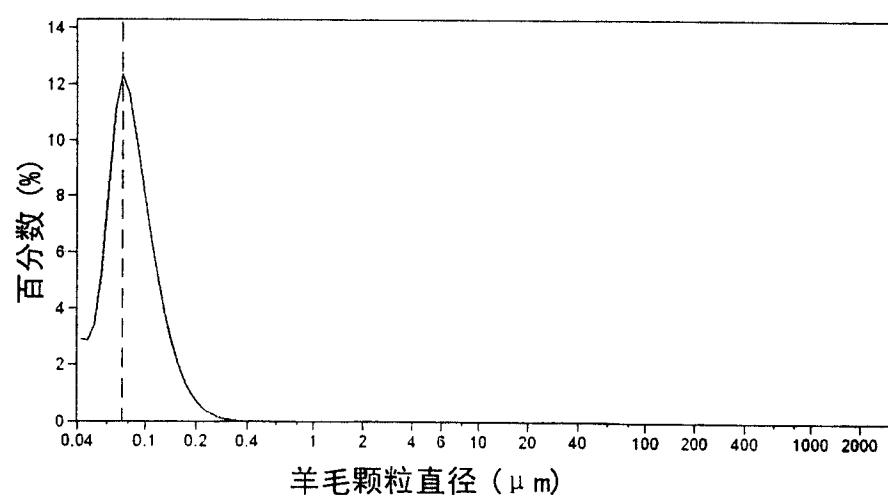


图 3

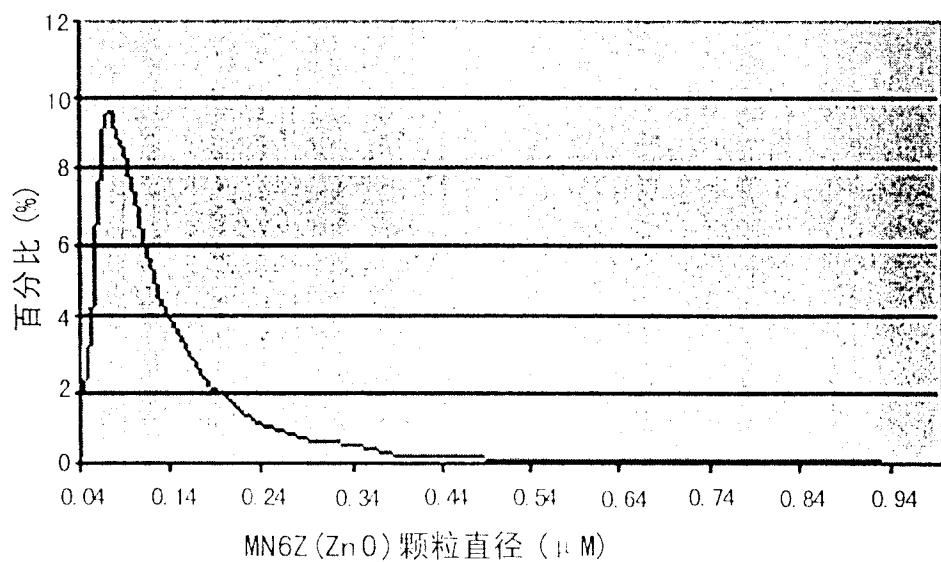


图 4

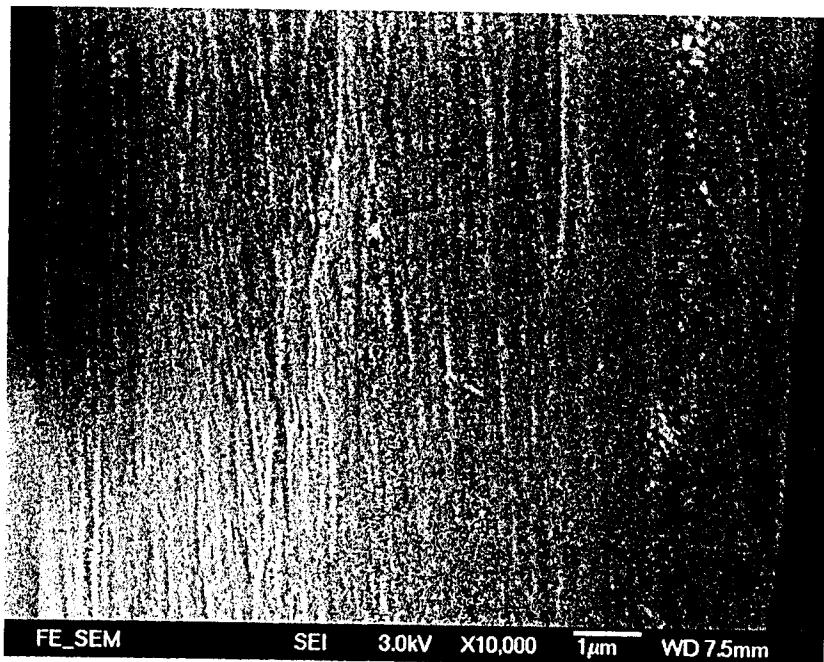


图 5

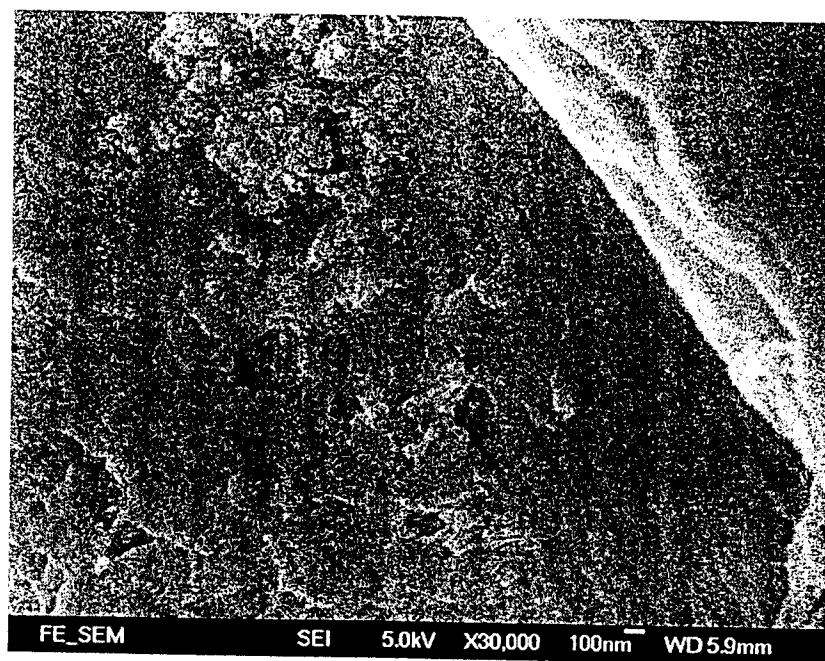


图 6

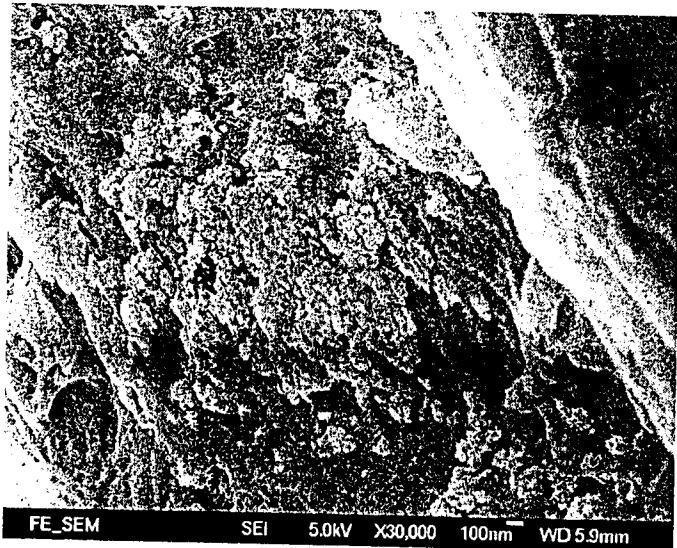


图 7

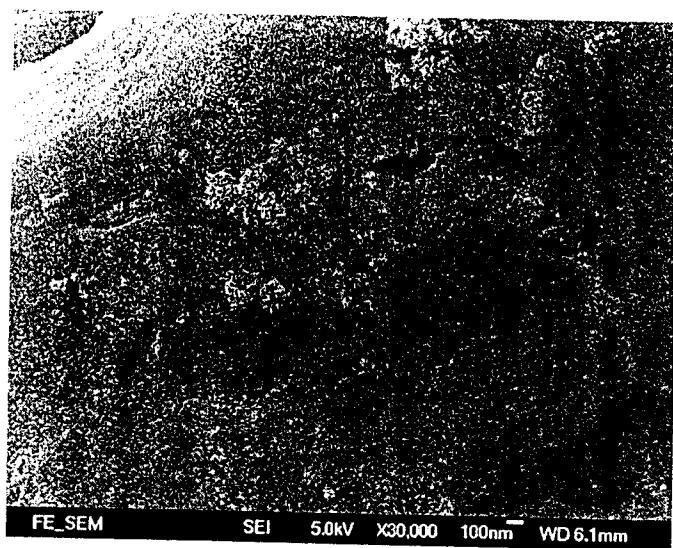


图 8

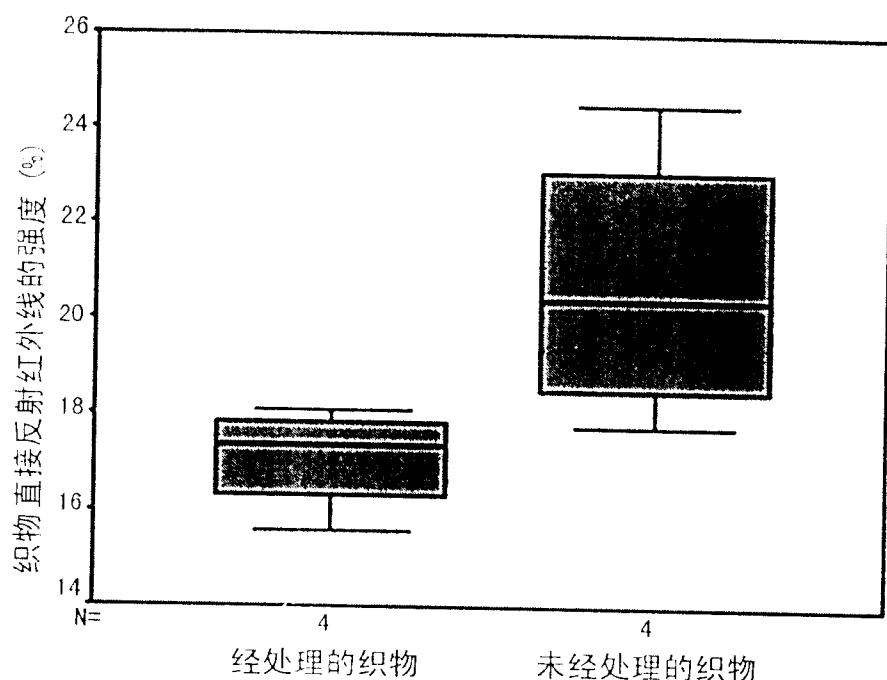


图 9

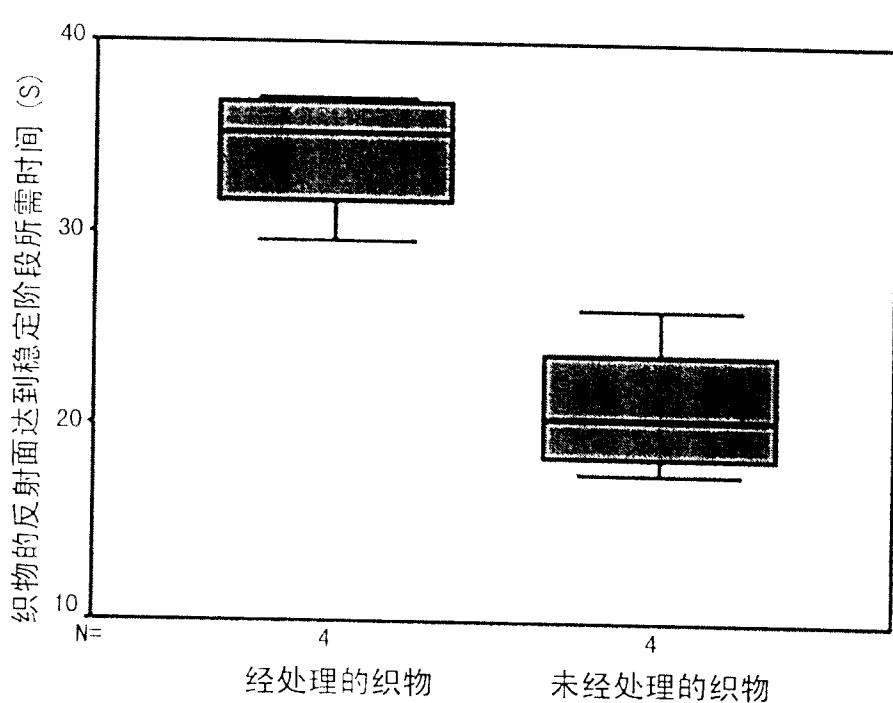


图 10

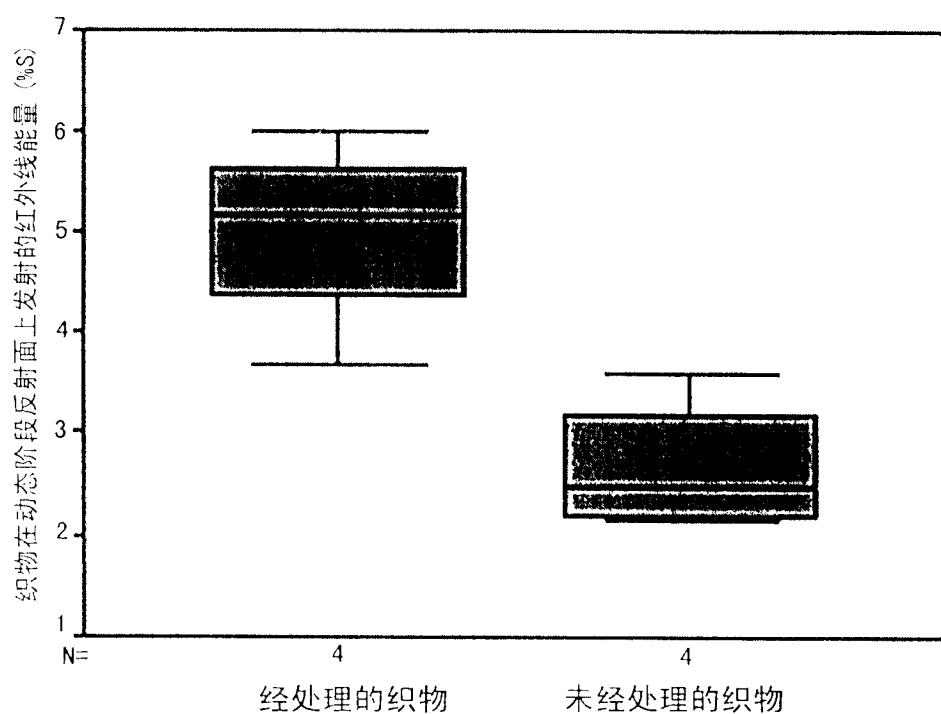


图 11

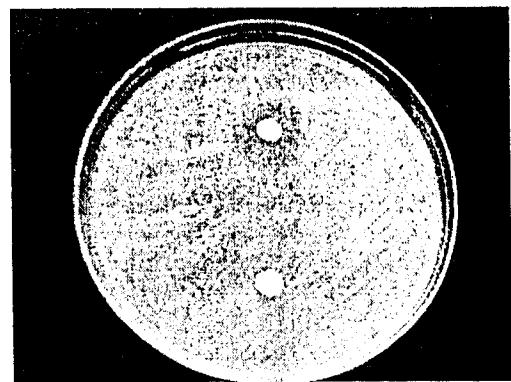
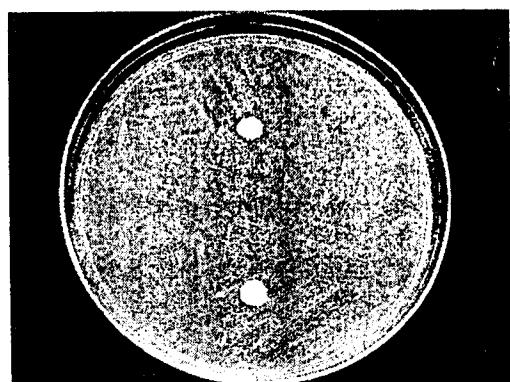


图 12