

纯棉织物的硬挺整理

李南南¹, 陈何卿², 华学铭², 赵雅洁², 王春梅^{2,*}

(1.南通海汇科技发展有限公司, 江苏 南通 226011;

2.南通大学 纺织服装学院, 江苏 南通 226019)

摘要:为了提高棉织物的硬挺度,降低织物上游离和水解甲醛含量,采用醚化六羟树脂 M-6 与 PVA 复配对棉织物进行硬挺整理。探讨了 M-6 树脂用量、PVA 用量、催化剂量、pH 值、焙烘温度和焙烘时间对整理织物性能的影响。在单因素试验的基础上,通过正交试验优化得到最佳工艺:醚化六羟树脂 M-6 用量 180 g/L, PVA 用量 25 g/L, 催化剂量氯化镁用量 15 g/L, 整理液 pH 值 5, 100 °C 预烘 3 min, 170 °C 焙烘 2.5 min。整理后棉织物的弯曲长度提高了 6.44 cm, 织物上游离和水解甲醛量为 138.1 mg/kg, 撕破强力下降率为 23.0%, 白度无明显变化。

关键词:醚化六羟树脂;硬挺整理;棉织物;抗弯长度;游离和水解甲醛

中图分类号:TS195.5

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2018)08-0016-04

硬挺整理可以改变织物的外观,增加织物的弹性与厚重感,赋予织物硬挺感,整理后的织物可广泛应用于装饰织物,在衬布生产中也有广泛的应用^[1-3]。现有的西服、茄克、裤子等服装中使用的衬布存在着抗弯强度低、游离和水解甲醛含量高、撕破强力低等问题^[4-5],影响服装的挺括性、弹性、立体感和安全性。为了提高产品品质,环保型硬挺整理剂应运而生^[6-7]。本文以衬布企业普遍使用的醚化六羟树脂 M-6 为硬挺剂,与 PVA 复配,对纯棉织物进行硬挺整理,在保证硬挺度的前提下,降低织物上游离和水解甲醛含量。

1 试验部分

1.1 材料、药品和仪器

材料:经前处理的纯棉梭织物,规格:30 tex×30 tex, 212 根/10 cm×212 根/10 cm,由南通海汇科技发展有限公司提供。

药品:醚化六羟树脂 M-6、PVA(1799),由南通海汇科技发展有限公司提供;甲醛、乙酸、乙酸铵、乙酰丙酮、硫酸、硼砂、无水亚硫酸钠、甲基红、无水乙醇、百里香酚酞,均为分析纯。

仪器:EL303 型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];PHS-3C 精密 pH 计(上海仪电科学仪器股份有限公司);PB1 型横式压染机、R-3 型自动定

型烘干机(厦门瑞比精密机械有限公司);WSB-3A 型智能数字白度计(温州大荣纺织仪器有限公司);YG065H/PC 电子织物强力仪(莱州市电子仪器有限公司);UVmini-1200 甲醛分析仪(深圳市鑫海瑞科技开发有限公司);硬挺度仪(自制)。

1.2 棉织物的硬挺整理工艺

(1) 工艺处方

醚化六羟树脂 M-6/g · L ⁻¹	160~240
MgCl ₂ · 6H ₂ O/g · L ⁻¹	5~25
PVA/g · L ⁻¹	5~40
pH 值	4~6

(2) 工艺流程

织物的准备→配置整理液→二浸二轧(轧余率 80%)→预烘(100 °C, 3 min)→焙烘(150~190 °C, 1~3 min)→放置 24 h→性能测试。

1.3 测试方法

1.3.1 织物抗弯长度

参照 GB/T 18318.1-2009《纺织品 弯曲性能的测定 第 1 部分:斜面法》测试,每个试样沿经向取 3 个样,测试后取平均值。

1.3.2 撕破强力

参照 GB/T 3917.2-2009《纺织品 织物撕破性能 第 2 部分:裤形试样(单缝)撕破强力的测定》,在 YG065H/PC 电子织物强力仪上进行测试。每种试样经向测 3 块样,取平均值。

1.3.3 白度测试

参照 GB/T 17644-2008《纺织纤维白度色度试验

收稿日期:2018-06-02;修回日期:2018-06-07

基金项目:江苏省高等学校大学生实践创新训练项目(201810304024Z)

作者简介:李南南(1986-),女,硕士,工程师,主要从事黏合衬的研发与质量控制。

*通信作者:王春梅(1967-),女,博士,教授,E-mail:w.cmei@ntu.edu.cn。

方法》，在WSB-3A智能数字白度计上测试。每块布样测试4次，取平均值。

1.3.4 织物上游离和水解甲醛含量

参照GB/T 2912.1—2009《纺织品甲醛的测定第一部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）》，利用乙酰丙酮显色法制作甲醛标准曲线，通过标准曲线求得甲醛含量。

2 结果和分析

2.1 醚化六羟树脂 M-6 用量的影响

固定PVA用量20 g/L，催化剂氯化镁用量15 g/L，整理液pH值5，焙烘温度170℃，焙烘时间2 min。改变M-6的用量，测定不同用量的M-6对整理织物性能的影响，见表1。

表1 M-6树脂用量对整理织物性能的影响

M-6 用量 /g · L ⁻¹	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg · kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
未整理	4.04	0	7.77	84.3
160	9.34	171.2	6.52	84.3
180	9.38	180.5	6.30	84.4
200	10.80	182.7	6.28	84.5
220	10.84	186.7	6.25	85.1
240	10.82	187.8	5.41	84.6

由表1可知，未整理的棉织物，弯曲长度很低。随着树脂M-6用量的增加，整理织物的弯曲长度逐渐增大，但用量超过200 g/L以后，弯曲长度基本不变。这是因为随着树脂M-6用量的增加，棉织物与树脂的交联程度逐渐增加，故弯曲长度逐渐增大，当树脂用量达到200 g/L时，交联基本饱和，继续增加树脂的用量，弯曲长度基本不变。织物上的甲醛含量随着树脂用量的增加逐渐增加，但变化不是很大。这是因为树脂用量越多，织物上的羟甲基含量越多，释放的甲醛就越多。织物的撕破强力随着树脂用量的增加逐渐减小，这是因为随着树脂用量的增加，树脂与PVA、棉织物的交联程度逐渐增加，使织物中纱线的可活动性下降，从而导致织物的撕破强力减小。织物的白度变化不大。所以选择树脂M-6的用量为200 g/L。

2.2 PVA 用量的影响

由于PVA有严格的线性结构，分子中含有大量极性、尺寸小的易形成分子中或分子间氢键的羟基，易形成大分子网络结构，因此，PVA具有很强的成膜性、黏合性、反应性和生物亲和性。另外PVA还具有良好的物理化学性质、耐溶剂性、耐油脂性、较强的机械稳

定性。故在试验中添加了PVA，利用其能形成透明、强韧、耐撕裂的膜的特性，协同醚化六羟树脂对棉织物进行硬挺整理。

固定树脂M-6用量200 g/L，催化剂用量15 g/L，整理液pH值5，焙烘温度170℃，焙烘时间2 min，改变PVA用量，测定整理织物的性能，见表2。

表2 PVA用量对整理织物性能的影响

PVA 用量 /g · L ⁻¹	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg · kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
5	9.41	211.7	6.70	83.8
10	9.95	197.7	6.75	84.2
20	10.80	183.1	6.27	84.8
30	10.85	184.2	5.40	82.8
40	13.34	183.0	5.10	82.4

由表2可知，随PVA用量的增多，整理织物的弯曲长度不断增大，甲醛含量、撕破强力、白度降低。这是因为随着PVA用量的增加，与树脂之间发生的交联提高，在织物上形成的膜更厚实。综合撕破强力和弯曲长度这两个性能来看，选择PVA用量为20 g/L。

2.3 催化剂用量的影响

固定树脂M-6用量200 g/L，PVA用量20 g/L，整理液pH值5，焙烘温度170℃，焙烘时间2 min，改变催化剂氯化镁的用量，测定整理织物的性能，见表3。

表3 催化剂用量对整理织物性能的影响

催化剂用量 /g · L ⁻¹	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg · kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
5	9.85	204.7	5.49	84.4
10	10.20	183.9	5.53	83.1
15	10.90	178.7	6.25	84.3
20	9.55	107.2	6.10	83.0
25	8.65	104.9	5.12	83.1

由表3可知，随着催化剂用量的增加，织物的弯曲长度、撕破强力先增大后降低，甲醛释放量呈下降趋势，白度影响不明显。这是因为催化剂能促进树脂与棉纤维、PVA的交联，一开始时随着树脂与棉交联程度的提高，棉织物的弯曲长度逐渐增大，当催化剂的用量达到15 g/L时，交联达到饱和，继续增加催化剂的用量，弯曲长度反而减小，这可能是由于催化剂用量过多，导致大量的树脂与PVA发生交联，反而降低了与棉织物的交联程度。综合考虑，选择催化剂用量为15 g/L。

2.4 pH 的影响

试验过程中用柠檬酸调节整理液pH值，其他条件不变，改变整理液的pH值，测试整理织物的性能，

见表4。

表4 pH值对整理织物性能的影响

pH值	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg·kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
4.0	11.48	140.0	5.11	78.0
4.5	10.95	157.0	5.90	83.8
5.0	10.93	183.1	6.17	84.1
5.5	10.15	194.4	6.20	84.3
6.0	10.45	224.2	6.86	84.7

由表4可知,随着pH值的升高,织物的弯曲长度呈下降趋势,甲醛含量、撕破强力、白度逐渐增加。这是因为随着pH值的增加,树脂与棉织物、PVA之间的交联程度会下降,综合考虑,选择pH值为5。

2.5 焙烘温度的影响

焙烘温度会直接影响树脂与织物的交联程度。温度过低,树脂和织物的交联不够完全,温度过高,织物损伤大,泛黄严重。固定树脂M-6用量200 g/L,PVA用量20 g/L,整理液pH值5,焙烘时间2 min,改变焙烘温度,测试整理织物的性能,见表5。

表5 焙烘温度对整理织物性能的影响

焙烘温度 /℃	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg·kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
150	9.25	388.6	6.28	84.2
160	9.55	214.8	6.02	83.3
170	11.05	186.4	5.97	83.2
180	9.50	174.0	5.48	80.1
190	8.00	169.8	5.08	79.0

由表5可知,随着焙烘温度的升高,弯曲长度先增加后降低,甲醛含量、撕破强力、白度越来越低。这是因为随着焙烘温度的增加,树脂与棉织物、PVA之间的交联程度会增加,但焙烘温度过高,会导致棉纤维降解。综合考虑各种性能指标,选择焙烘温度为170℃。

2.6 焙烘时间的影响

其他条件不变,改变焙烘时间,测试整理织物的性能,见表6。

表6 焙烘时间对整理织物性能的影响

焙烘时间 /min	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg·kg ⁻¹	撕破强力 /N	白度 /%
1.0	9.45	348.1	6.32	85.7
1.5	9.95	234.0	6.31	85.0
2.0	10.85	184.0	6.03	84.2
2.5	11.63	178.0	5.99	83.7
3.0	11.70	168.2	5.28	82.4

由表6可知,随着焙烘时间的延长,织物的弯曲长度逐渐增加,甲醛含量、撕破强力、白度呈下降趋势。这是因为随着焙烘温度的增加,树脂与棉织物、PVA

之间的交联程度会增加,但焙烘时间过长,会导致棉纤维降解。综合考虑各种性能指标,选择焙烘时间为2.5 min。

2.7 正交试验

在单因素试验的基础上,固定整理液pH值5,焙烘时间2.5 min,选择M-6树脂用量、PVA用量、催化剂用量和焙烘温度这4个因素进行正交试验,以弯曲长度、甲醛含量和撕破强力为考核指标,正交试验的方案见表7,测试结果见表8,正交试验的结果分析见表9~表11。

表7 正交试验方案

序号	A	B	C	D
	M-6树脂用量 /g·L ⁻¹	PVA用量 /g·L ⁻¹	催化剂用量 /g·L ⁻¹	焙烘温度 /℃
1	180	15	10	160
2	180	20	15	170
3	180	25	20	180
4	200	15	15	180
5	200	20	20	160
6	200	25	10	170
7	220	15	20	170
8	220	20	10	180
9	220	25	15	160

表8 正交试验测试结果

序号	弯曲长度 /cm	甲醛含量 /mg·kg ⁻¹	撕破强力 /N
1	9.78	181.3	6.46
2	10.93	142.3	6.19
3	11.55	104.1	4.84
4	9.30	136.9	5.65
5	10.80	209.4	5.76
6	10.78	124.4	5.26
7	9.85	104.1	4.74
8	10.60	130.6	5.48
9	10.70	103.4	5.71

表9 弯曲长度指标

项目	M-6树脂用量	PVA用量	催化剂用量	焙烘温度
K ₁	32.26	28.93	31.16	31.28
K ₂	30.88	32.33	30.93	31.56
K ₃	31.15	33.03	32.20	31.45
r	1.38	4.10	1.27	0.28

从表9可以看出,在棉织物的硬挺整理中,各种因素对整理后棉织物抗弯性能的影响从大到小的排序是:PVA用量>M-6树脂用量>催化剂用量>焙烘温度,最佳工艺为A₁B₃C₃D₂,即M-6树脂用量为180 g/L,PVA用量为25 g/L,催化剂用量为20 g/L,焙烘温度为170℃。

表 10 织物上甲醛含量指标

项目	M-6 树脂用量	PVA 用量	催化剂用量	焙烘温度
K_1	427.7	422.3	436.3	494.1
K_2	470.7	482.3	382.6	370.8
K_3	338.1	331.9	417.6	371.6
r	132.6	150.4	53.7	123.3

从表 10 可以看出,在棉织物的硬挺整理中,各因素对整理后织物上游离和水解甲醛含量的影响从大到小的排序为:PVA 用量>M-6 树脂用量>焙烘温度>催化剂用量。最佳工艺为 $A_3B_3C_2D_2$,即 M-6 树脂用量为 220 g/L,PVA 的用量为 25 g/L,催化剂的用量为 15 g/L,焙烘温度为 170 °C。

表 11 撕破强力指标

项目	M-6 树脂用量	PVA 用量	催化剂用量	焙烘温度
K_1	17.49	16.85	17.20	17.93
K_2	16.67	17.43	17.55	16.19
K_3	15.93	15.81	15.34	15.97
r	1.56	1.62	2.21	1.96

从表 11 可以看出,在棉织物的硬挺整理中,各因素对整理后棉织物的撕破强力的影响从大到小排序为:催化剂用量>焙烘温度>PVA 用量>M-6 树脂用量,最佳工艺为 $A_1B_2C_2D_1$,即 M-6 树脂用量为 180 g/L,PVA 用量为 20 g/L,催化剂用量为 15 g/L,焙烘温度为 160 °C。

从上述抗弯长度、游离和水解甲醛的含量、撕破强力这 3 个因素的分析中得到最佳工艺依次为 $A_1B_3C_3D_2$ 、 $A_3B_3C_2D_2$ 、 $A_1B_2C_2D_1$,综合考虑选择 $A_1B_3C_2D_2$ 为最佳工艺,即 M-6 树脂用量 180 g/L,PVA 用量 25 g/L,催化剂用量 15 g/L,焙烘温度为 170 °C。在此工艺条件下对棉织物进行整理,测得整

理后织物的弯曲长度为 11.48 cm,织物上游离和水解甲醛含量为 138.1 mg/kg,撕破强力为 5.98 N,白度 84.1%。

3 结语

以醚化六羟树脂 M-6 与 PVA 复配作为硬挺整理剂,最佳整理工艺为:M-6 树脂用量 180 g/L,PVA 用量 25 g/L,催化剂用量 15 g/L,整理液 pH 值 5,预烘温度 100 °C,预烘时间 3 min,焙烘温度 170 °C,焙烘时间 2.5 min。整理后棉织物的弯曲长度提高了 6.44 cm,游离和水解甲醛含量为 138.1 mg/kg,撕破强力下降率为 23.0%,白度无明显变化。

参考文献:

- [1] 朱子玉,周翔,吴亚容,等.低甲醛 N-羟甲基三聚氰胺硬挺整理剂的合成[J].印染,2015,41(22):5-10.
- [2] 来玉兵,龙邵,周结文,等.低甲醛硬挺剂 TF-632 的合成与应用研究[J].染整技术,2012,34(4):39-42.
- [3] 吴涛,谢涛,刘士良,等.环保型硬挺剂 DM-3568 的应用研究[J].印染助剂,2017,34(6):49-51.
- [4] 熊培文,王振川,李会勇,等.FH-衬布硬挺整理剂的合成与应用[J].精细化工,1994,11(6):28-30.
- [5] 杨高文,曾小君,翟春,等.超低醛改性脲醛复合树脂衬布硬挺整理剂的制备及应用[J].印染助剂,2004,21(6):15-18.
- [6] 陈焜,周向东.环保型硬挺剂 M-432 的合成与应用[J].印染,2015,41(9):37-41.
- [7] 徐鹏飞,周翔,吴亚容.聚丙烯酸酯硬挺整理剂的制备及应用[J].印染,2015,41(11):14-19.

Stiffening Finishing of Cotton Fabric

LI Nan-nan¹, CHEN He-qing², HUA Xue-ming², ZHAO Ya-jie², WANG Chun-mei^{2,*}

(1. Nantong Haihui Science and Technology Development Co. Ltd., Nantong 226011, China;

2. School of Textile and Clothing, Nantong University, Nantong 226019, China)

Abstract: In order to improve the stiffness of cotton fabric and reduce the content of free and hydrolyzed formaldehyde on the fabric, stiffening finishing of cotton woven fabric was carried out with etherified hexahydroxyl resin M-6 and PVA. The influences of dosage of resin finishing agent M-6, PVA and catalyst, pH value, curing temperature and time on the performances of cotton fabric were discussed. On the basis of single factor test, the finishing process was optimized by orthogonal test method. The results showed that the optimum finishing process was the amount of M-6 resin of 180 g/L, PVA of 25 g/L, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ of 15 g/L, pH value of 5, pre-drying at 100 °C for 3 min, curing at 170 °C for 2.5 min. The bending length of finished fabric increased by 6.44 cm, the content of free and hydrolyzed formaldehyde was 138.1 mg/kg, the tearing strength decreased by 23.0%, and the whiteness changed a little.

Key words: etherified hexahydroxyl resin; stiffening finishing; cotton fabric; bending length; free and hydrolyzed formaldehyde