



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116478359 B

(45) 授权公告日 2024.04.16

(21) 申请号 202310316333.4
 (22) 申请日 2023.03.29
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 116478359 A
 (43) 申请公布日 2023.07.25
 (73) 专利权人 宁波润禾高新材料科技股份有限公司
 地址 315600 浙江省宁波市宁海县宁波南部滨海新区金海中路168号
 专利权人 杭州润禾材料研究院有限公司
 (72) 发明人 徐炜 杨振 周峰 李冰林 皮碧荣 张瑞
 (74) 专利代理机构 宁波甬心合创知识产权代理有限公司 33552
 专利代理师 糜婧
 (51) Int. Cl.
 C08G 18/48 (2006.01)
 C08G 18/10 (2006.01)
 D06M 15/568 (2006.01)
 D06M 15/643 (2006.01)
 D06M 101/38 (2006.01)
 D06M 101/06 (2006.01)
 (56) 对比文件
 CN 102161767 A, 2011.08.24
 CN 102718980 A, 2012.10.10
 CN 103819630 A, 2014.05.28
 CN 103897404 A, 2014.07.02
 CN 104031269 A, 2014.09.10

CN 104479138 A, 2015.04.01
 CN 105315757 A, 2016.02.10
 CN 107814941 A, 2018.03.20
 CN 108276581 A, 2018.07.13
 CN 110204728 A, 2019.09.06
 CN 111004382 A, 2020.04.14
 EP 1595910 A1, 2005.11.16
 JP 2021161278 A, 2021.10.11
 US 2020165454 A1, 2020.05.28
 US 4791029 A, 1988.12.13
 US 5599883 A, 1997.02.04
 叶骏伟, 等. 利用新型催化剂制备端含氢硅油的探索.《染整技术》.2022, 第44卷(第2期), 16-20.
 陈焜, 等. 有机硅柔软剂的结构、性能、表征及其吸附模型(待续).《印染助剂》.2019, 第36卷(第9期), 7-12.
 李献起, 等. 功能性聚硅氧烷在织物整理方面的研究进展.《技术进展》.2018, 第32卷(第6期), 501-505.
 黄飞. 改性有机硅柔软剂的合成.《印染助剂》.2008, 第24卷(第3期), 7-10.
 Jinyun Xu, 等. The polyetherification modified reaction on silicone oil.《International Conference on Material Sciences and Technology》.2012, 第560-561卷 667-671. (续)

审查员 江小梅

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称
 一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料、制备方法及应用

(57) 摘要
 本申请公开了一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料、制备方法及其在牛仔织物浸轧液中的应用, 聚硅氧烷材料由甲苯二异氰酸酯和丙三醇聚氧乙烯醚制备预聚体; 由含氢硅油、烯丙醇

环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚、烯丙基醇醚羧酸和N,N-二甲基-1,3-丙二胺制备中间体 II; 再由预聚体和中间体 II 反应得到一种聚硅氧烷材料, 将其应用在牛仔织物的浸轧工作液中能够有效提升牛仔织物的手感、柔软度和减少其弹性的损失。

CN 116478359 B

[接上页]

(56) 对比文件

YU Qiong,等.Kinetics of Hydrosilylation of Polyhydrosiloxane and Polyether.《Chinese J. Chem. Eng.》.2006,第14卷(第4期),555-558 .

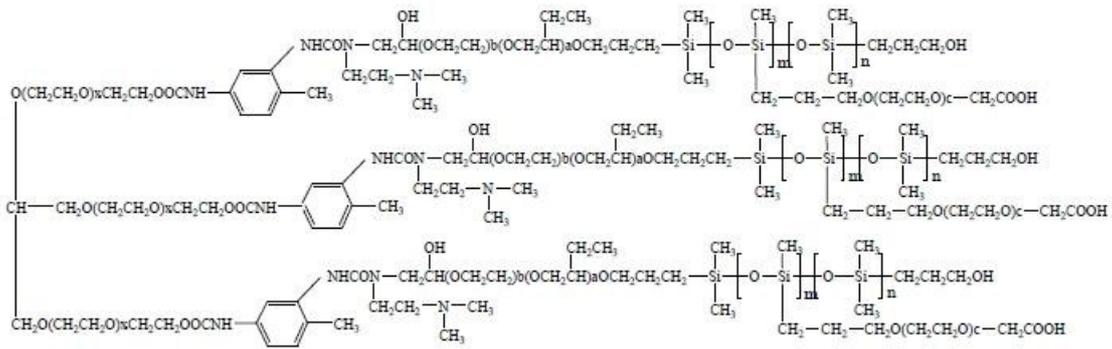
张萍;俞成丙;伍芳芳.纺织染整用有机硅类产品改性的研究进展.纺织科技进展.2020,(第

09期),1-3+17.

黄洁;安秋凤;黄良仙;丁洋.氨基聚醚有机硅表面活性剂的合成及性能.印染助剂.2010,(第10期),10-13.

孙中战;周光强;杨丽娜;周艳明;高建峰.侧链聚硅氧烷液晶中间体的合成.有机硅材料.2011,(第01期),4-8.

1. 一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料,其特征在于,其包括如下结构:



其中a, b, c, x, m, n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3$, $6 \leq b \leq 8$, $4 \leq c \leq 7$, $m=2$, $330 \leq n \leq 360$, $2 \leq x \leq 3$,

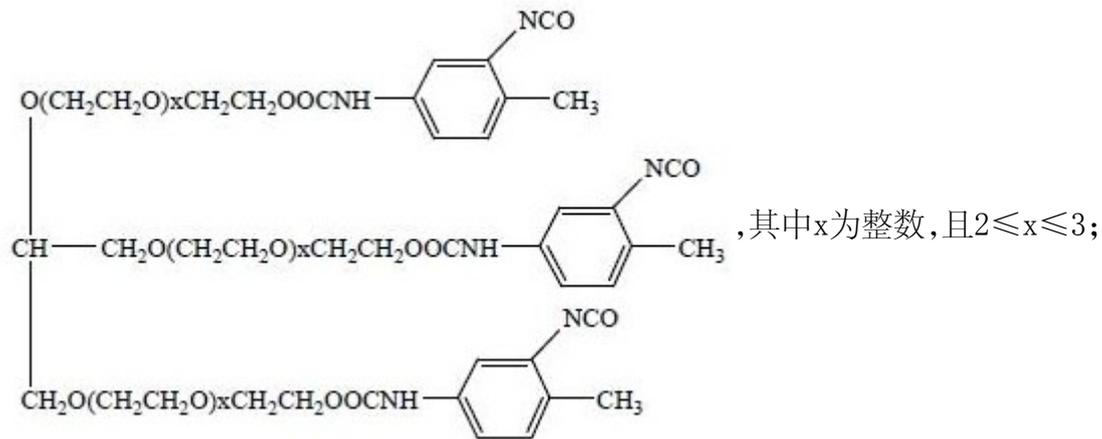
所述防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的制备方法,包括以下步骤:

S1: 由甲苯二异氰酸酯和丙三醇聚氧乙醚在催化剂催化下发生反应,得到预聚体,所述催化剂为叔胺类催化剂;

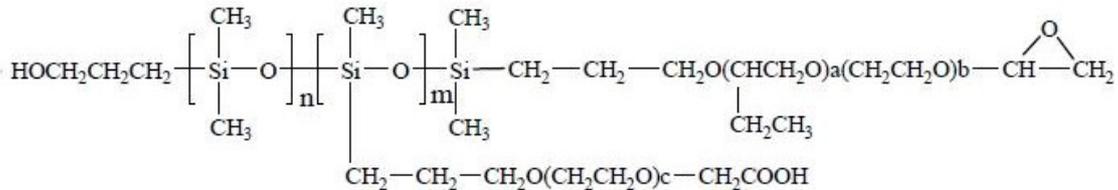
S2: 由含氢硅油、烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙醚和烯丙基醇醚羧酸反应得到中间体I,所述中间体I与N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到中间体II;

S3: 将所述预聚体与所述中间体II在溶剂中反应,得到一种能防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料;

所述预聚体的结构式为:

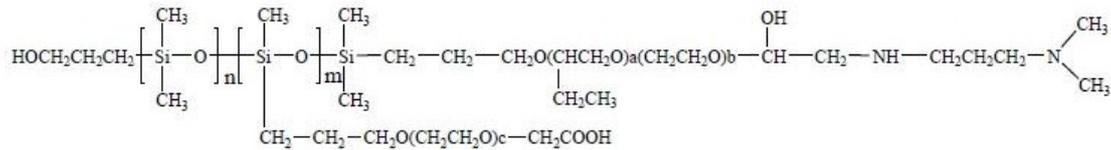


所述中间体I中包含有如下结构:



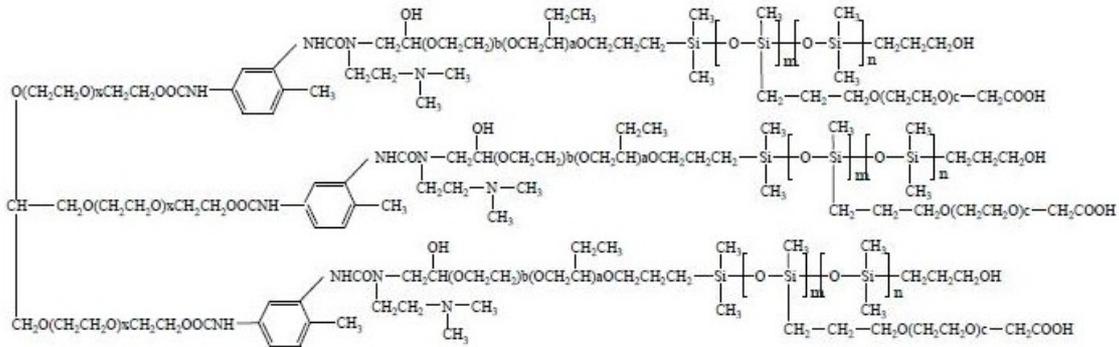
其中a, b, c, m, n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3$, $6 \leq b \leq 8$, $4 \leq c \leq 7$, $m=2$, $330 \leq n \leq 360$;

所述中间体II中包含有如下结构:



其中a, b, c, m, n均为整数, 且 $2 \leq a \leq 3$, $6 \leq b \leq 8$, $4 \leq c \leq 7$, $m=2$, $330 \leq n \leq 360$;

所述步骤S3中制备得到的所述防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料其中包含如下结构:



其中a, b, c, x, m, n均为整数, 且 $2 \leq a \leq 3$, $6 \leq b \leq 8$, $4 \leq c \leq 7$, $m=2$, $330 \leq n \leq 360$, $2 \leq x \leq 3$ 。

2. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述丙三醇聚氧乙烯醚的数均分子量为450~550。

3. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述含氢硅油的数均分子量为20000~30000, 且其分子结构中的端部及侧链中均含有硅氢键。

4. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚的数均分子量为500~700。

5. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述烯丙基醇醚羧酸的数均分子量为300~400。

6. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述溶剂为乙二醇单丁醚或二丙二醇单丁醚中的一种。

7. 如权利要求1所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料, 其特征在于: 所述步骤S1具体为: 将500~550质量份的所述甲苯二异氰酸酯在惰性气体氛围中, 与0.01~0.015质量份的三乙胺、450~550质量份的所述丙三醇聚氧乙烯醚反应, 升温至55~75 °C并保温2~4 小时, 得到所述预聚体;

所述步骤S2具体为: 将2000~3000质量份的所述含氢硅油、40~80质量份的所述烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚和60~80质量份的所述烯丙基醇醚羧酸在容器中反应, 在加入催化剂、填充惰性气体的条件下升温至90~120 °C, 保温5~10小时, 得到所述中间体I; 将所述中间体I与8~12质量份的所述N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到所述中间体II;

所述步骤S3具体为: 将97~107质量份的所述预聚体和2620~2640质量份的所述中间体II在所述溶剂中反应, 升温至30~40 °C并保温4~8 小时, 得到所述聚硅氧烷材料。

8. 一种牛仔织物的浸轧工作液, 其特征在于: 包括80~120质量份上述权利要求1~7任一所述的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料,

以及2~8质量份的乳化剂1305、180~240质量份水和1~5质量份醋酸。

一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料、制备方法及应用

技术领域

[0001] 本申请涉及高分子材料领域,具体地涉及一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料、制备方法及应用。

背景技术

[0002] 牛仔织物是现在市面上最常用、最受欢迎的面料之一,牛仔织物或多或少都含有一定的氨纶,使得牛仔织物具有优异的弹性,而弹性也是影响牛仔织物穿着舒适度的重要因素。弹性牛仔产品在制衣和水洗的加工环节中,经常会发生失弹现象,使得牛仔产品变形,甚至影响人们穿着的舒适度。防止牛仔布料的失弹成为牛仔行业亟须解决的问题。

[0003] 牛仔布料的失弹,通常受到以下几个方面影响:其一是牛仔产品使用机洗,机洗的转速过快,作用在牛仔产品上的机械作用力过大,会导致牛仔面料失弹;第二个方面是一般弹力丝的牛仔织物烘干温度要求低于60℃,过高的温度会损伤弹力;第三个方面是缝纫环节,在牛仔布料缝制成为牛仔产品的过程中,缝纫使用针头的粗细以及缝纫工艺会导致氨纶面料的断弹,出现起泡和变形;第四个方面是使用柔软剂,不同的助剂厂家对柔软剂、硅油的配比不同,有的柔软剂、硅油对牛仔织物的弹力有一定的损伤,尤其是使用那些含有大量乳化剂的柔软剂产品,虽然能赋予面料优异的滑度,但此类柔软剂在牛仔布料的使用过程中容易发生溶胀,更容易引起牛仔织物的失弹。

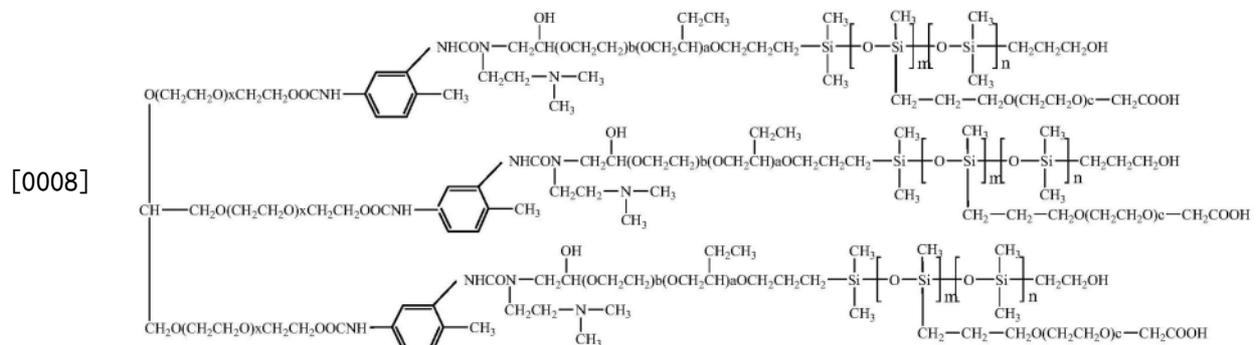
发明内容

[0004] 本申请的一个目的在于提供一种用于防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料;

[0005] 本申请的另一个目的在于提供一种用于防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的制备方法;

[0006] 本申请的第三个目的在于提供一种牛仔织物的浸轧工作液,能够减少牛仔织物的弹性损失。

[0007] 为达到以上目的,本申请采用的技术方案为:提供一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料,其结构通式为:



[0009] 其中a,b,c,x,m,n均为整数,且2≤a≤3,6≤b≤8,4≤c≤7,m=2,330≤n≤360,2≤x≤3。

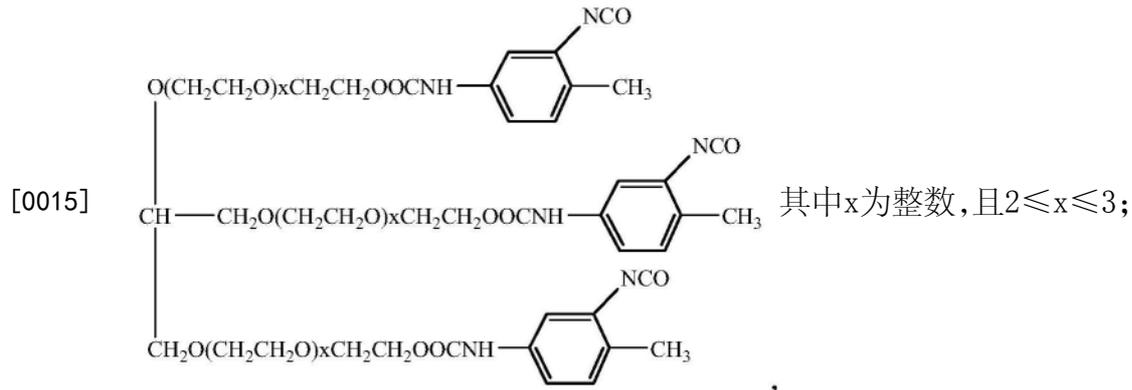
[0010] 本申请还提供一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的制备方法,包括以下步骤:

[0011] S1:由甲苯二异氰酸酯和丙三醇聚氧乙烯醚在催化剂催化下发生反应,得到预聚体,所述催化剂为叔胺类催化剂;

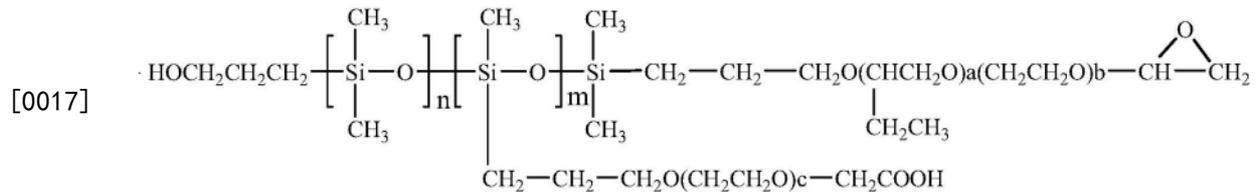
[0012] S2:由含氢硅油、烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚和烯丙基醇醚羧酸反应得到中间体I,所述中间体I与N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到中间体II;

[0013] S3:将所述预聚体与所述中间体II在溶剂中反应,得到一种能防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料。

[0014] 作为一种优选,所述预聚体的结构式为:

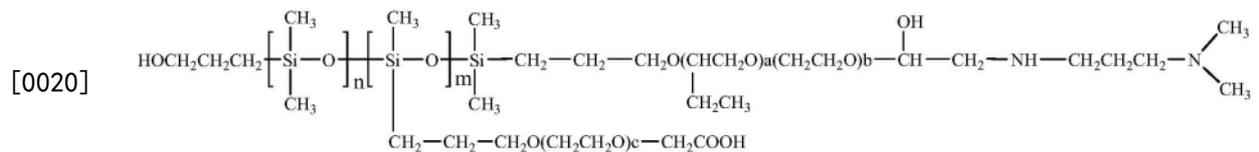


[0016] 所述中间体I的结构式为:



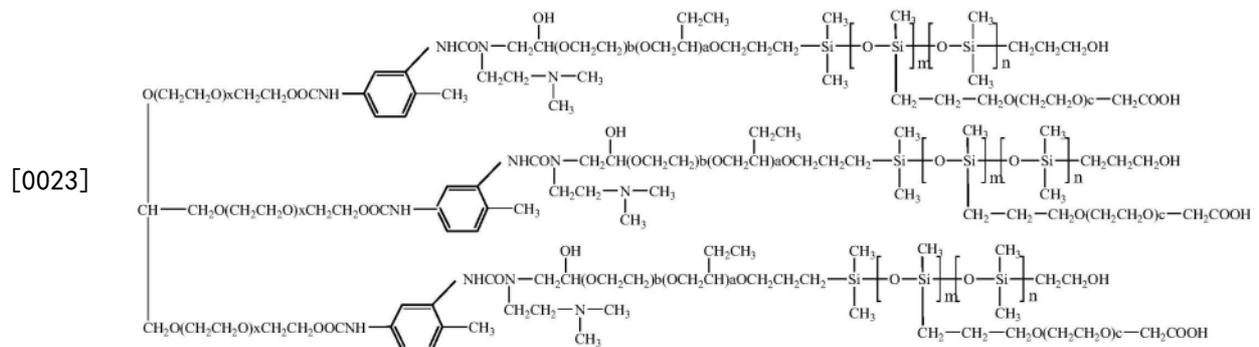
[0018] 其中a,b,c,m,n均为整数,且2≤a≤3,6≤b≤8,4≤c≤7,m=2,330≤n≤360;

[0019] 所述中间体II的结构式为:



[0021] 其中a,b,c,m,n均为整数,且2≤a≤3,6≤b≤8,4≤c≤7,m=2,330≤n≤360;

[0022] 所述步骤S3中制备得到的所述防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的结构式为:



[0024] 其中a,b,c,x,m,n均为整数,且2≤a≤3,6≤b≤8,4≤c≤7,m=2,330≤n≤360,2

$\leq x \leq 3$ 。

[0025] 作为另一种优选,所述丙三醇聚氧乙烯醚的数均分子量为450~550。

[0026] 作为另一种优选,所述含氢硅油的数均分子量为20000~30000,且其分子结构中的端部及侧链中均含有硅氢键。

[0027] 作为另一种优选,所述烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚的数均分子量为500~700。

[0028] 作为另一种优选,所述烯丙基醇醚羧酸的数均分子量为300~400。

[0029] 作为另一种优选,所述溶剂为二乙二醇单丁醚或二丙二醇单丁醚中的一种。

[0030] 进一步优选,所述步骤S1具体为:将500~550质量份的所述甲苯二异氰酸酯在惰性气体氛围中,与0.01~0.015质量份的三乙胺、450~550质量份的所述丙三醇聚氧乙烯醚反应,升温至55~75℃并保温2~4小时,得到所述预聚体;

[0031] 所述步骤S2具体为:将2000~3000质量份的所述含氢硅油、40~80质量份的所述烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚和60~80质量份的所述烯丙基醇醚羧酸在容器中反应,在加入催化剂、填充惰性气体的条件下升温至90~120℃,保温5~10小时,得到所述中间体I;将所述中间体I与8~12质量份的所述N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到所述中间体II

[0032] 所述步骤S3具体为:将97~107质量份的所述预聚体和2620~2640质量份的所述中间体II在所述溶剂中反应,升温至30~40℃并保温4~8小时,得到所述聚硅氧烷材料。

[0033] 本申请还提供一种牛仔织物的浸轧工作液,包括80~120质量份上述的聚硅氧烷材料,或80~120质量份上述任一制备方法制得的聚硅氧烷材料,以及2~8质量份的乳化剂1305、180~240质量份水和1~5质量份醋酸。

[0034] 与现有技术相比,本申请的有益效果在于:

[0035] (1) 本申请通过向聚硅氧烷产物结构中引入聚氨酯的支化链段,利用聚氨酯与氨纶的相似结构,与氨纶形成氢键作用力,能够提升其粘附力和成膜性,更均匀地将氨纶纤维的表面包覆,并在高温洗水上柔工序中能够避免氨纶纤维在高温下降解,进而出现布料失弹的现象;

[0036] (2) 本申请通过将羧基与羟基引入聚硅氧烷结构中,利用羧基与羟基的协同作用,能使得聚硅氧烷材料与牛仔织物上的棉纤维形成氢键结合力,进一步提升产品在面料上的粘附力;并且羧基、羟基也能与聚氨酯链段进行协同作用,提高氨纶纤维与棉纤维之间键的作用力,减弱因上柔后氨纶纤维与棉纤维因滑度的增加而造成滑移,最终避免的面料失弹;

[0037] (3) 本申请产物结构式中的聚硅氧烷链段至单向分布,在其应用在面料上之后,该聚硅氧烷链段将指向空气中,并能赋予牛仔织物独特的优异松软的风格特点;

[0038] (4) 本申请通过在聚硅氧烷产物结构式中引入一定量的羧酸集团,使得最终制成的防失弹剂产品在乳液的状态下带有一定量的负电荷,能有效提升产品的耐阴离子稳定性;

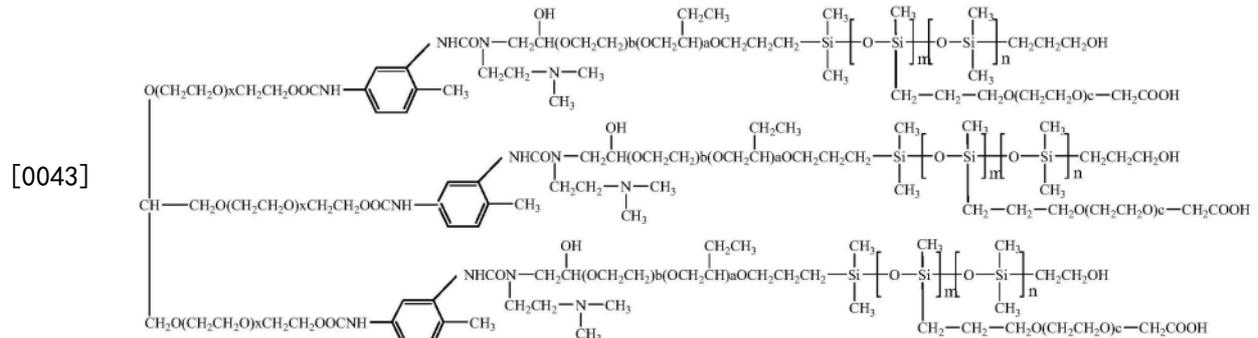
[0039] (5) 本申请的防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的制备工艺简单,反应过程容易控制,产率较好且重复性好,适合大规模的工业化的生产。

具体实施方式

[0040] 下面,结合具体实施方式,对本申请做进一步描述,需要说明的是,在不相冲突的前提下,以下描述的各实施例之间或各技术特征之间可以任意组合形成新的实施例。

[0041] 本申请的说明书和权利要求书中的术语“包括”和“具有”以及他们的任何变形,意图在于覆盖不排他的包含,例如,包含了一系列步骤或单元的过程、方法、系统、产品或设备不必限于清楚地列出的那些步骤或单元,而是可包括没有清楚地列出的或对于这些过程、方法、产品或设备固有的其它步骤或单元。

[0042] 本申请提供一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料,其结构通式为:



[0044] 其中 a, b, c, x, m, n 均为整数,且 $2 \leq a \leq 3, 6 \leq b \leq 8, 4 \leq c \leq 7, m = 2, 330 \leq n \leq 360, 2 \leq x \leq 3$ 。

[0045] 制备得到的聚硅氧烷材料中引入聚氨酯支化链段,聚氨酯支化链段的结构与氨纶相似,并能与氨纶形成氢键作用力,增加聚硅氧烷材料与牛仔织物的粘附力,使得聚氨酯支化链段能够均匀地包覆在牛仔织物的氨纶纤维表面,具有优异的成膜性,在高温水洗上柔工序中很好地保护氨纶纤维,避免其在高温下降解进而出现失弹的现象。

[0046] 制备得到的聚硅氧烷材料中同时引入了羟基和羧基,两种基团的协同作用能与牛仔织物上的棉纤维形成氢键结合力,进一步提升聚硅氧烷材料与牛仔织物的粘附力;此外,羟基、羧基与聚氨酯链段具有协同作用,能够提高氨纶纤维与棉纤维的键作用力,使得上柔后氨纶纤维与棉纤维因滑度的增加而形成的位移减小,从而改善牛仔织物的失弹现象。

[0047] 制备得到的聚硅氧烷材料中同时引入烯丙基醇醚羧酸形成的支链与聚氨酯结构,探究发现当其中任何一种结构单独存在时,对牛仔织物的弹性影响不大,而在两种结构同时存在于聚硅氧烷材料中,能够显著减少牛仔织物的拉伸后回复长度,即达到减少牛仔织物的弹性损失,达到防止牛仔织物失弹的效果。

[0048] 制备得到的聚硅氧烷材料中含有一定量的羧酸基团,使得该材料制备成为防失弹剂后的产品在乳液状态下携带一定的负电荷,能够提升制备的防失弹剂产品的耐阴离子稳定性。

[0049] 制备得到的聚硅氧烷材料的结构中设计将聚硅氧烷材料单向分布,与牛仔织物结合后,结构中的聚硅氧烷链段指向外侧,将赋予牛仔织物松软、柔糯的风格。

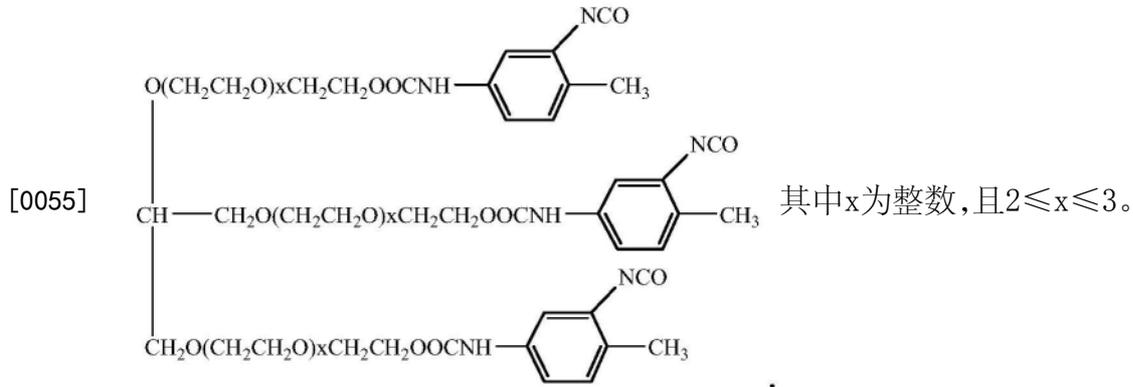
[0050] 本申请还提供一种用于防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料的制备方法,包括以下步骤,

[0051] S1:由甲苯二异氰酸酯和丙三醇聚氧乙烯醚在催化剂催化下发生反应,得到预聚体;

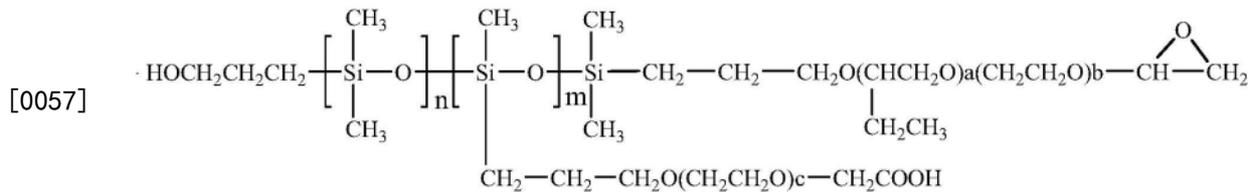
[0052] S2:由含氢硅油、烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚及烯丙基醇醚羧酸反应得到中间体I,使中间体I与N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到中间体II;

[0053] S3:将预聚体和中间体II在溶剂中反应,得到本申请的一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料。

[0054] 优选的,预聚体的结构式如下:

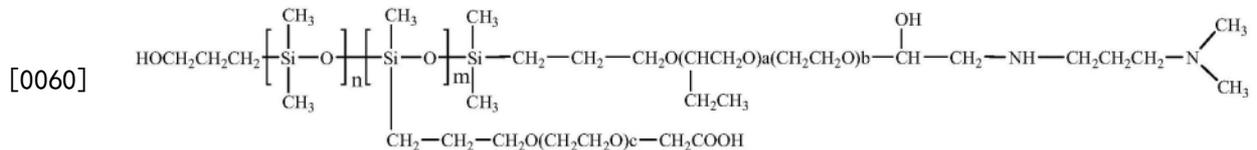


[0056] 优选的,中间体I的结构式如下:



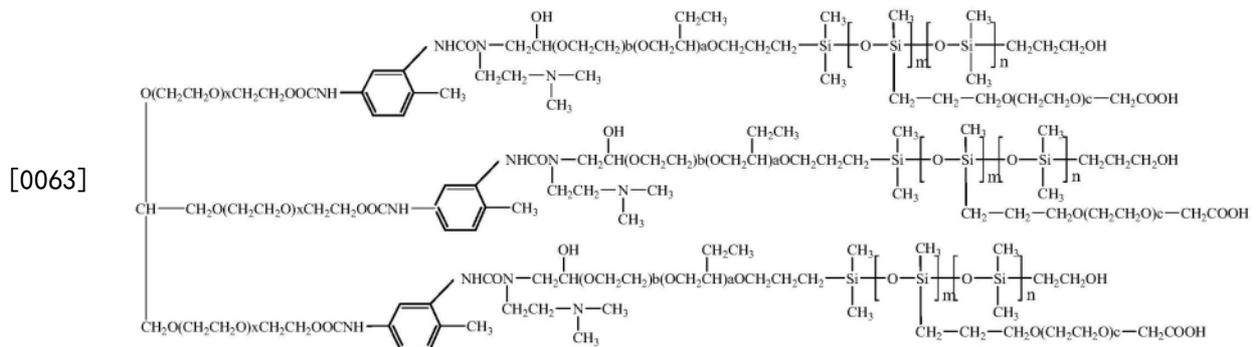
[0058] 其中a,b,c,m,n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3, 6 \leq b \leq 8, 4 \leq c \leq 7, m=2, 330 \leq n \leq 360$ 。

[0059] 优选的,中间体II的结构式如下:



[0061] 其中a,b,c,m,n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3, 6 \leq b \leq 8, 4 \leq c \leq 7, m=2, 330 \leq n \leq 360$ 。

[0062] 优选的,制备得到的聚硅氧烷材料的结构式如下:



[0064] 其中a,b,c,x,m,n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3, 6 \leq b \leq 8, 4 \leq c \leq 7, m=2, 330 \leq n \leq 360, 2 \leq x \leq 3$ 。

[0065] 优选的,S1步骤中丙三醇聚氧乙烯醚的数均分子量为450~550。

[0066] 优选的,S2步骤中的含氢硅油的数均分子量为20000~30000,且其分子结构中的一端和侧链上含有硅氢键,硅氢键的存在以使得含氢硅油的端部和侧链能够通过打开的

碳碳双键结合得到不同的结构。

[0067] 优选的,S2步骤中的烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙醚的数均分子量为500~700。

[0068] 优选的,S2步骤中的烯丙基醇醚羧酸的数均分子量为300~400。

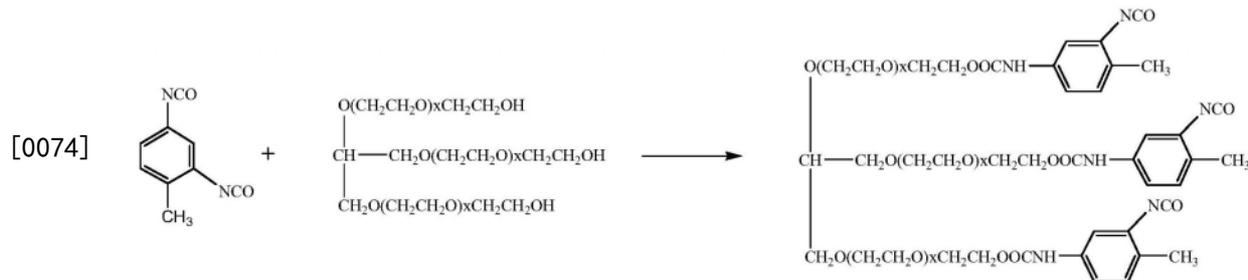
[0069] 通过限制丙三醇聚氧乙醚、烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙醚和烯丙基醇醚羧酸的数均分子量以使得总体的聚硅氧烷分子结构式不致过大,避免最后制备的聚硅氧烷材料分散性差,其防失弹效果也会随之降低。

[0070] 优选的,S3步骤中的溶剂为二乙二醇单丁醚、二丙二醇单丁醚中的一种或两种混合。

[0071] 优选的,S1步骤中的催化剂通常使用锡化合物或叔胺化合物催化,优选一种催化剂为三乙胺,以促使反应正向进行。

[0072] 优选的方案中,S1步骤具体为:将500~550质量份的甲苯二异氰酸酯在惰性气体氛围中,与0.01~0.015质量份的三乙胺、450~550质量份的丙三醇聚氧乙醚反应,升温至55~75℃并保温2~4小时,得到预聚体。

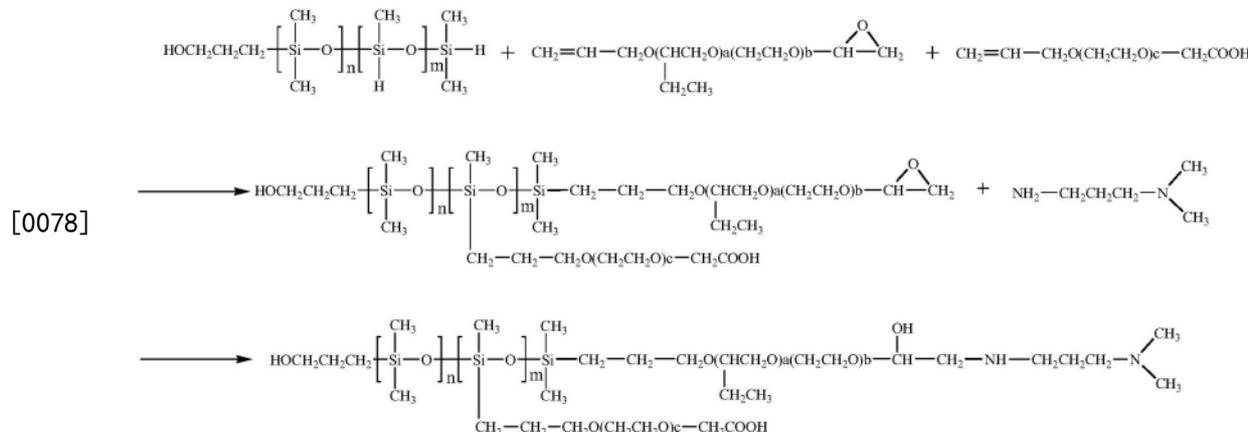
[0073] 其中涉及的具体反应如下:



[0075] 其中x为整数,且 $2 \leq x \leq 3$ 。

[0076] 优选的方案中,S2步骤具体为:将2000~3000质量份的含氢硅油、40~80质量份的烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙醚和60~80质量份的烯丙基醇醚羧酸在容器中反应,在加入催化剂、填充惰性气体的条件下升温至90~120℃,保温5~10小时,得到中间体I;将中间体I与8~12质量份的N,N-二甲基-1,3-丙二胺反应得到中间体II。

[0077] 其中涉及的具体反应如下:



[0079] 其中a,b,c,m,n均为整数,且 $2 \leq a \leq 3, 6 \leq b \leq 8, 4 \leq c \leq 7, m = 2, 330 \leq n \leq 360$ 。

[0080] 优选的,S3步骤具体为:将97~107质量份的预聚体和2620~2640质量份的中间体

II 在溶剂中反应,升温至30~40℃并保温4~8小时,得到本申请的能够防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料。

[0081] 本申请的制备方法中不需要使用乳化剂,能够较好地避免乳化剂使得牛仔织物的弹性降低。

[0082] 本申请的制备工艺简单,反应过程容易控制,适合工业化、规模化的生产,产品能够广泛地应用在大多数的牛仔织物中,不受材料的限制。

[0083] 本申请还提供一种牛仔织物的浸轧工作液,其包括80~120质量份的本申请制备的聚硅氧烷材料、2~8质量份的乳化剂1305、180~240质量份水和1~5质量份醋酸。

[0084] 本申请制备的牛仔织物的浸轧工作液能够应用在牛仔织物中,通过简单的浸轧、烘焙和回潮的工艺处理牛仔织物,能够提升牛仔织物的手感、柔软度以及防止牛仔织物失去弹性,提升牛仔织物的舒适和实用,具有一定的实际应用意义。

[0085] **【实施例1】**

[0086] S1:将522质量份的甲苯二异氰酸酯加入到装有温度计、搅拌器、冷凝回流的反应釜中,并加入到0.01质量份三乙胺,缓慢通入氮气,并将数均分子量为450的450质量份丙三醇聚氧乙烯醚加到反应釜中,升温至55℃,保温4小时,得到预聚体。

[0087] S2:将2500质量份含氢硅油和60质量份烯丙醇环氧封端聚氧丁烯聚氧乙烯醚、数均分子量为300的60质量份烯丙基醇醚羧酸加入到装有温度计、搅拌器、冷凝回流的反应釜中,并加入2.5质量份1%的异丙醇-氯铂酸,充入氮气,并升温至100℃,保温8小时,得到中间体I;而后向容器中加入10.2质量份N,N-二甲基-1,3-丙二胺继续反应,得到中间体II。

[0088] S3:将97质量份预聚体和2620质量份的中间体II加入到装有温度计、搅拌器、冷凝回流的反应釜中,并加入680质量份二乙二醇单丁醚,30℃下保温8小时,得到本申请的一种防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料。

[0089] **【实施例2】**

[0090] S1步骤中的丙三醇聚氧乙烯醚的配备调整为:550质量份的数均分子量为550的丙三醇聚氧乙烯醚;

[0091] S3步骤中预聚体的添加量调整为107质量份;

[0092] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0093] **【实施例3】**

[0094] S2步骤中的烯丙基醇醚羧酸的添加配比调整为:80质量份的数均分子量为400的烯丙基醇醚羧酸;

[0095] S3步骤中的中间体II添加配比调整为2640质量份;二乙二醇单丁醚的添加配比调整为690质量份;

[0096] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0097] **【实施例4】**

[0098] S1步骤中的反应温度调整为75℃,并保温3个小时;

[0099] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0100] **【实施例5】**

[0101] S2步骤中的反应温度调整为120℃,并保温5个小时;

[0102] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0103] 【实施例6】

[0104] S3步骤中的溶剂调整为:680质量份的二丙二醇单丁醚;

[0105] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0106] 【实施例7】

[0107] S3步骤中的反应温度调整为40℃,保温时间6个小时;

[0108] 其余步骤与实施例1中的制备步骤一致。

[0109] 【对比例1】

[0110] S2步骤中未添加反应组分:烯丙基醇醚羧酸,其余步骤与实施例7中的制备步骤一致,使得制备得到的产品结构中不含有烯丙基醇醚羧酸形成的支链结构。

[0111] 【对比例2】

[0112] 选用市售的有机聚硅氧烷柔软剂,其分子结构中不含有聚氨酯结构。

[0113] 【性能评价】

[0114] 开稀工艺:将100重量份各实施例制备的材料与5质量份乳化剂1305、210重量份水和2重量份醋酸混合稀释,得到聚硅氧烷的乳液;

[0115] 整理工艺:将含有氨纶和棉的牛仔织物浸轧工作液,工作液为开稀工艺得到的聚硅氧烷乳液30~40g/L,轧液率70%,随后进入预烘焙阶段,烘焙温度为170℃,烘焙时间为30~45s,最后回潮1小时,制备的产品进入评价测试。

[0116] (1) 手感评价测试:用手触摸法评定,评价综合手感,采用1~5分评判法,1分最差,5分最好,10人同时评定,取平均值。

[0117] (2) 柔软度评价测试:根据GB/T18318《纺织品·织物弯曲长度的测定》:取长条形试样放在平台上,尺子压在试样上,试样的长轴与尺子长度方向平行。尺子与试样长轴方向同时在平台上移动,使试样伸出平台部分悬空,并在自重下弯曲。当试样向下弯曲的头端触及与水平呈41.5°的斜面时,试样伸出长度的1/2为弯曲长度。试样的抗弯刚度通过弯曲长度与单位面积质量计算得来。

[0118] 试样:25mm*25mm经纬编各6块,每块试样测4次,取平均值;

[0119] 抗弯刚度计算: $G = mC^3 \cdot 10^{-2}$

[0120] 式中:G—单位宽度的抗弯刚度,mN·cm;m—试样单位面积质量,g/m²;C—试样的平均弯曲长度,cm。

[0121] (3) 回复弹性测试:参考GB/T 37635-2019《纺织品·弹性织带耐疲劳外观变化实验方法》在织物弹性疲劳试验机上进行测试,布样长度为300mm,控制拉力大小为200N,动程为60mm,往复移动的速度为20次/min,测试5分钟后,放置一段时间进行回复,分别测量测试前和回复后的织物长度。

[0122] 将上述牛仔织物的评价测试结果记录于下表1中。

[0123] 表1防止牛仔织物失弹的聚硅氧烷材料评价测试

[0124]

产品名称	手感/分	抗弯刚度/mN·cm	回复后的长度/mm
原布	1	103.54	362.83
实施例1	4	43.66	312.54
实施例2	3~4	48.89	335.67
实施例3	3~4	50.21	331.53

实施例4	4	44.26	321.54
实施例5	4	43.26	320.54
实施例6	4	49.26	325.54
实施例7	4	44.36	305.32
对比例1	4	42.33	392.10
对比例2	4~5	38.77	469.32

[0125] 由表1分析可知,实施例1~7制备的聚硅氧烷材料制成的牛仔织物防失弹剂用于处理牛仔织物后,其手感相对于牛仔原布均有提升,抗弯刚度和回复后的长度测试数据均小于原布,由此表明,使用本申请的聚硅氧烷材料制备的牛仔织物防失弹剂,能够使得牛仔织物手感提升,增加布料的柔软度,并且能较好的防止牛仔织物拉伸后弹性损失,织物具有较好的弹性;其中实施例7制备得到的牛仔织物防失弹剂在拉伸100次后,牛仔织物长度伸长约1.8%,相比于未经防失弹剂处理的原布,牛仔织物的伸长率降低了19.1%,牛仔织物的弹性得到了较好的保持,能够显著地延长牛仔织物的使用时间,提升人们穿着的舒适度和衣物的贴身程度。

[0126] 分析实施例1与实施例2,其中丙三醇聚氧乙烯醚的数均分子量及添加配比不同,并同步地调整合成步骤中预聚体的添加量。实施例1制备的牛仔织物防失弹剂能够使得牛仔织物具有更好的柔软度和更小的弹性损失,由此表明数均分子量较小的丙三醇聚氧乙烯醚结构引入至聚硅氧烷的材料中,反应物中丙三醇聚氧乙烯醚的数均分子量降低,会使得最终聚硅氧烷产品中聚醚的含量降低,能够获得更好的柔软和防失弹的效果。

[0127] 分析实施例1与实施例3,其中实施例3改变了烯丙基醇醚羧酸的数均分子量和添加配比,并相应的调整了中间体 II 和溶剂的添加量。相同的,实施例1制备的牛仔织物防失弹剂其处理后的牛仔织物具有更好的柔软度和更好的防失弹性能,因此,数均分子量较小的烯丙基醇醚羧酸能够更好地防止牛仔织物损失弹性。

[0128] 分析实施例1、实施例4和实施例5,实施例4和实施例5分别将S2步骤和S3步骤中反应温度和保温时间调整,由于本申请的制备反应可控,升高温度会使得反应速率加快,对最终得到的聚硅氧烷产品性能并没有明显影响。

[0129] 实施例6与实施例1的不同之处在于选取的溶剂不同,二乙二醇丁醚和二丙二醇丁醚均能作为反应溶剂推进反应的发生,从防失弹剂处理后的牛仔织物评价测试结果来看,使用二乙二醇单丁醚作为反应溶剂的效果略优。

[0130] 分析实施例1和实施例7,实施例7中将S3合成步骤中的反应温度升高,保温时间缩短,可以提高反应速率和加快反应进程、并且促进反应正向转化,有助于提升目的产物的产率,应用在牛仔织物的防失弹剂中能够在维持牛仔织物手感和柔软度的同时,达到最优的牛仔织物防失弹效果,在100次200N的拉力测试下布料仅伸长5.32mm,伸长率约为1.8%,牛仔织物多次拉伸、水洗并不会失去其弹性,提升牛仔产品的实用度。

[0131] 以上描述了本申请的基本原理、主要特征和本申请的优点。本行业的技术人员应该了解,本申请不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是本申请的原理,在不脱离本申请精神和范围的前提下本申请还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本申请的范围内。本申请要求的保护范围由所附的权利要求书及其等同物界定。