



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113980177 A

(43) 申请公布日 2022. 01. 28

(21) 申请号 202111188321.5 *C08F 220/34* (2006.01)

(22) 申请日 2021.10.12 *C08F 222/40* (2006.01)

(71) 申请人 杭州传化精细化工有限公司 *D06P 1/52* (2006.01)
 地址 311231 浙江省杭州市萧山区萧山经
 济技术开发区鸿达路125号 *D06P 3/60* (2006.01)

申请人 浙江传化功能新材料有限公司
 传化智联股份有限公司

(72) 发明人 张红燕 吴彬 王胜鹏 金鲜花
 张洁 张焕忠 徐夏冰 姜莉
 王利萍

(74) 专利代理机构 杭州华进联浙知识产权代理
 有限公司 33250

代理人 何凯歌

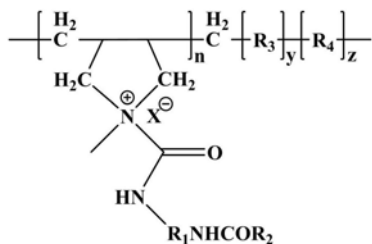
(51) Int. Cl.
C08F 226/04 (2006.01)

权利要求书2页 说明书12页

(54) 发明名称
阳离子聚合物及其制备方法和应用

具有较强的阳离子活性,提高了所述阳离子聚合物与基材间的相互作用,可用于纺织品以提升其色牢度及耐洗性。

(57) 摘要
本发明涉及一种阳离子聚合物及其制备方法和应用。所述阳离子聚合物的结构式如下式

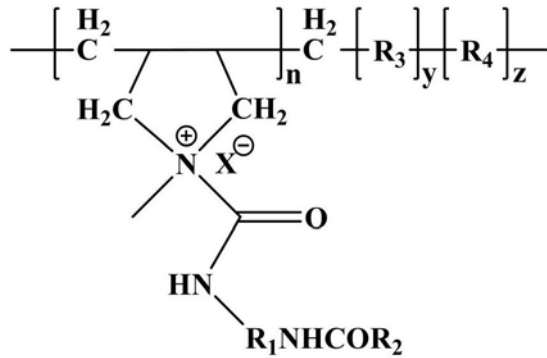


(1) 所示, 式(1)

式(1)

中, -R₁-选自碳原子数为6-13的碳链中的至少一种, -R₂-选自碳原子数为3-7的脞类端基、酚类端基、酯类端基、酮类端基、亚硫酸根离子端基中的至少一种, -R₃-为含仲胺基团的有机胺单体的结构单元, -R₄-为阳离子单体的结构单元, X⁻包括 CH₃OSO₃⁻、CH₃OCOO⁻中的至少一种, n、y、z均为整数, 且n=1-5, y=1-8, z=2-16。本发明所述的阳离子聚合物以季铵盐为主链, 引入封端的异氰酸根活性基团和仲胺基团, 并且所述阳离子聚合物

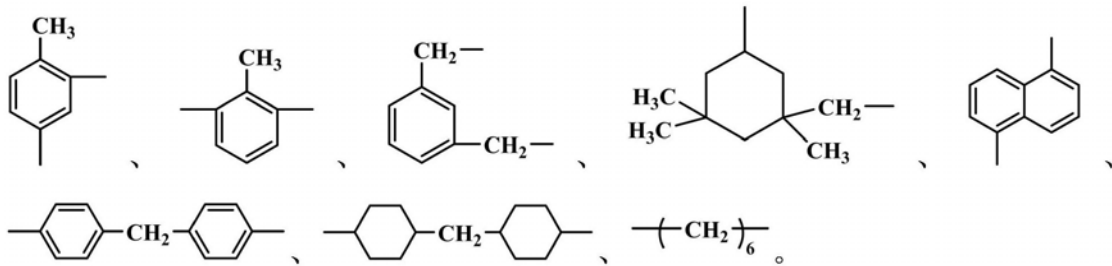
1. 一种阳离子聚合物,其特征在于,所述阳离子聚合物的结构式如下式(1)所示,



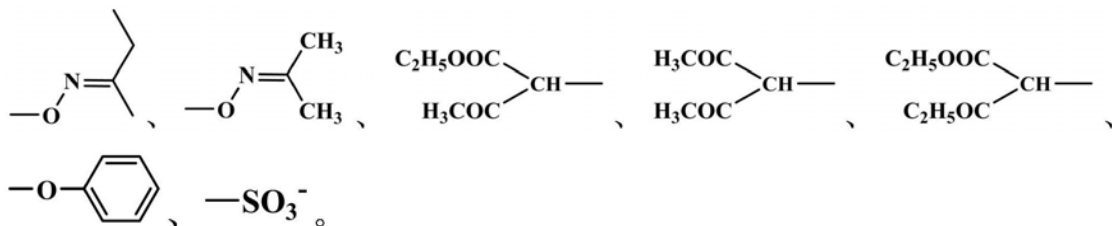
式(1)

式(1)中,-R₁-选自碳原子数为6-13的碳链中的至少一种,-R₂选自碳原子数为3-7的脘类端基、酚类端基、酯类端基、酮类端基、亚硫酸根离子中的至少一种,-R₃-为含仲胺基团的有机胺单体的结构单元,-R₄-为阳离子单体的结构单元,X⁻包括CH₃OSO⁻、CH₃OCO⁻中的至少一种,n、y、z均为整数,且n=1-5,y=1-8,z=2-16。

2. 根据权利要求1所述的阳离子聚合物,其特征在于,所述-R₁-选自以下结构中的至少一种:



3. 根据权利要求1所述的阳离子聚合物,其特征在于,所述-R₂选自以下结构中的至少一种:



4. 根据权利要求1所述的阳离子聚合物,其特征在于,所述含仲胺基团的有机胺单体包括二烯丙基胺、环乙烯亚胺、顺丁烯二酰亚胺、N-甲基顺丁烯二酰亚胺、N-乙基顺丁烯二酰亚胺中的至少一种。

5. 根据权利要求1所述的阳离子聚合物,其特征在于,所述阳离子单体包括N-甲基二烯丙基胺、二甲基二烯丙基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基二甲基氯化铵、丙烯酰胺中的至少一种。

6. 一种如权利要求1-5任一项所述的阳离子聚合物的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

将具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物与活泼氢化合物在有机溶剂中混合并进行初

始反应,获得初始产物,其中,所述活泼氢化合物包括肟类化合物、酚类化合物、酯类化合物、酮类化合物、亚硫酸氢盐中的至少一种;

将所述初始产物与二烯丙基胺混合并进行中间反应,获得中间产物;

将所述中间产物与季铵化试剂混合并进行季铵化反应,获得可聚合单体,其中,所述季铵化试剂包括硫酸二甲酯、碳酸二甲酯中的至少一种;

将所述可聚合单体与含仲胺基团的有机胺单体、阳离子单体、稀酸、溶剂以及引发剂混合并进行聚合反应,得到阳离子聚合物。

7. 根据权利要求6所述的阳离子聚合物的制备方法,其特征在于,所述具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物包括2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、1,6-己二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、苯二亚甲基二异氰酸酯、萘-1,5-二异氰酸酯、二环己基甲烷二异氰酸酯中的至少一种。

8. 根据权利要求6所述的阳离子聚合物的制备方法,其特征在于,所述异氰酸酯化合物与所述活泼氢化合物的摩尔比为1:0.5-1:2;

及/或,所述初始产物与所述二烯丙基胺的摩尔比为1:1.1-1:1.5;

及/或,所述中间产物与所述季铵化试剂的摩尔比为1:1.1-1:1.3;

及/或,所述含仲胺基团的有机胺单体、所述阳离子单体与所述可聚合单体的质量比为1:(4-20):(1-8);

及/或,所述引发剂的质量为所述可聚合单体、所述含仲胺基团的有机胺单体与所述阳离子单体的总质量的0.1%-1.5%。

9. 根据权利要求6所述的阳离子聚合物的制备方法,其特征在于,所述初始反应的温度为60°C-80°C,反应时间为1h-2h;

及/或,所述中间反应的温度为60°C-80°C,反应时间为2h-3h;

及/或,所述季铵化反应的温度为100°C-120°C,反应时间为3h-4h;

及/或,所述聚合反应的温度为80°C-85°C,反应时间为3h-5h。

10. 一种如权利要求1-5任一项所述的阳离子聚合物在纺织品加工中的应用。

阳离子聚合物及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及水溶性高分子制备技术领域,特别是涉及阳离子聚合物及其制备方法和应用。

背景技术

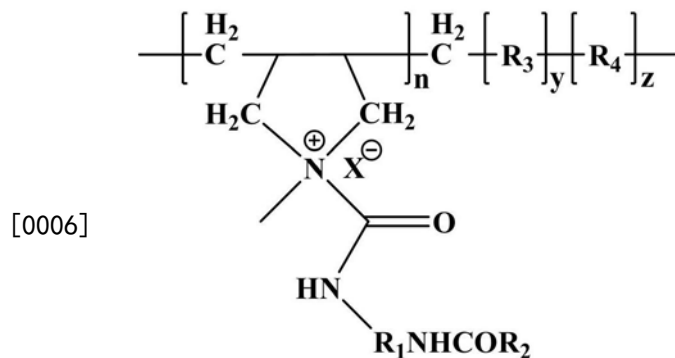
[0002] 阳离子聚合物是一种重要的功能性高分子材料,其大分子结构中具有阳离子特性,因而在纺织染整、日用化工、造纸印刷、污水处理以及油田等领域都得到广泛的应用。根据基团的不同,阳离子聚合物分为季铵盐聚合物、季磷盐聚合物和季硫盐聚合物,其中,应用最广、产品种类最多的是季铵盐聚合物。

[0003] 传统技术采用将天然高分子聚合物进行阳离子化或将单体先聚合再阳离子化这两种方法来制备阳离子聚合物,但是这两种方法所得到的阳离子聚合物的阳离子化度都较低,达不到工业上所需求的性能。因此,为了提高阳离子聚合物的阳离子化度,传统技术可以先合成出可聚合的阳离子单体,再将其进行聚合,虽然制备出的阳离子聚合物的阳离子度高、分子量和阳离子度都可调,但是用于聚合的阳离子单体局限于二甲基二烯丙基氯化铵、丙烯酰胺、表氯醇等,且制备出的阳离子聚合物与纺织品结合力不强,导致纺织品存在色牢度不佳的问题,尤其是高温水泡牢度和色泣牢度等方面性能不佳的问题。

发明内容

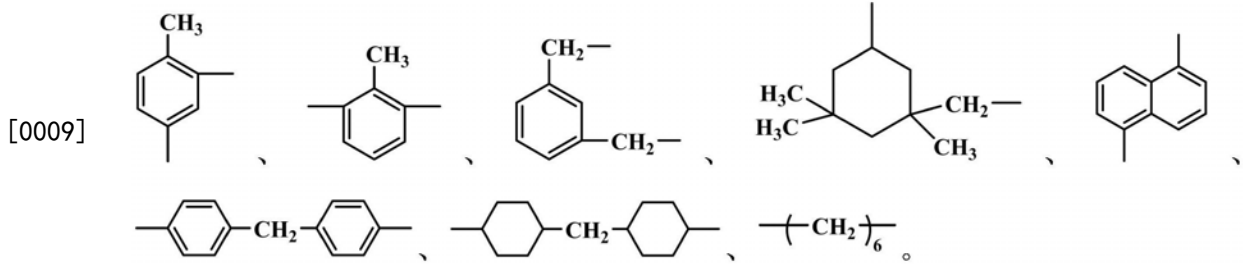
[0004] 基于此,有必要针对上述问题,提供一种阳离子聚合物及其制备方法和应用;所述阳离子聚合物具有封端的异氰酸根活性基团和较强的阳离子活性,提高了所述阳离子聚合物与基材间的相互作用,可用于纺织品以提升其色牢度及耐洗性。

[0005] 一种阳离子聚合物,所述阳离子聚合物的结构式如下式(1)所示,

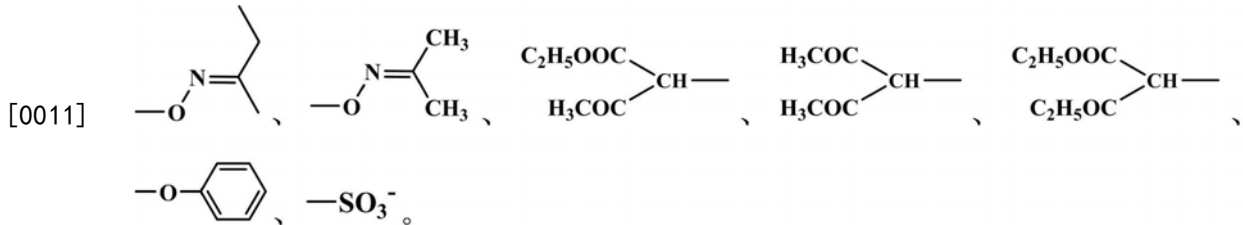


[0007] 式(1)中,-R₁-选自碳原子数为6-13的碳链中的至少一种,-R₂选自碳原子数为3-7的肟类端基、酚类端基、酯类端基、酮类端基、亚硫酸根离子中的至少一种,-R₃-为含仲胺基团的有机胺单体的结构单元,-R₄-为阳离子单体的结构单元,X⁻包括CH₃OSO₃⁻、CH₃OCOO⁻中的至少一种,n、y、z均为整数,且n=1-5,y=1-8,z=2-16。

[0008] 在其中一个实施例中,所述-R₁-选自以下结构中的至少一种:



[0010] 在其中一个实施例中,所述-R₂选自以下结构中的至少一种:

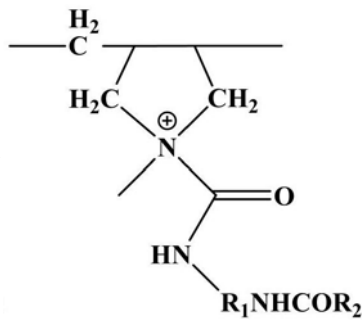


[0012] 在其中一个实施例中,所述含仲胺基团的有机胺单体包括二烯丙基胺、环乙烯亚胺、顺丁烯二酰亚胺、N-甲基顺丁烯二酰亚胺、N-乙基顺丁烯二酰亚胺中的至少一种。

[0013] 在其中一个实施例中,所述阳离子单体包括N-甲基二烯丙基胺、二甲基二烯丙基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基二甲基氯化铵、丙烯酰胺中的至少一种。

[0014] 本发明所述的阳离子聚合物的结构式中:第一、含有已封端的异氰酸根(-NCO)活性基团,该基团在高温下可以解封出-NCO活性基团,并与基材中的羟基(-OH)和亚氨基(-NH)反应构成共价结合,以提高阳离子聚合物与基材之间的结合力;第二、含有仲胺基团(-NH-),一方面,-NH-能与基材中的-OH和-NH产生氢键作用,进一步提高阳离子聚合物与基材间的相互作用,另一方面,-NH-还可以与解封的-NCO活性基团反应,使阳离子聚合物在高温条件下处理后,分子链间相互交联形成网状的膜,提高阳离子聚合物的成膜性;第三、所述

的阳离子聚合物结构式中



和-R₁-都具有阳离子基团,丰富的阳离

子基团使阳离子聚合物具有较强的阳离子活性和可调的阳离子度。

[0015] 因此,本发明所述的阳离子聚合物具有较强的反应活性和氢键作用,可以提高阳离子聚合物与基材之间的结合力,增强阳离子聚合物与基材间的相互作用,有效提升了基材的色牢度。同时,所述阳离子聚合物的阳离子度高、成膜性好,不仅提高了基材的耐洗性能,而且满足了纺织品的加工中固色剂的阳离子强度需求。

[0016] 一种如上所述的阳离子聚合物的制备方法,包括如下步骤:

[0017] 将具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物与活泼氢化合物在有机溶剂中混合并进行初始反应,获得初始产物,其中,所述活泼氢化合物包括肟类化合物、酚类化合物、酯类化合物、酮类化合物、亚硫酸氢盐中的至少一种;

[0018] 将所述初始产物与二烯丙基胺混合并进行中间反应,获得中间产物;

[0019] 将所述中间产物与季铵化试剂混合并进行季铵化反应,获得可聚合单体,其中,所述季铵化试剂包括硫酸二甲酯、碳酸二甲酯中的至少一种;

[0020] 将所述可聚合单体与含仲胺基团的有机胺单体、阳离子单体、稀酸、溶剂以及引发剂混合并进行聚合反应,得到阳离子聚合物。

[0021] 在其中一个实施例中,所述具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物包括2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、1,6-己二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、苯二亚甲基二异氰酸酯、萘-1,5-二异氰酸酯、二环己基甲烷二异氰酸酯中的至少一种。

[0022] 在其中一个实施例中,所述异氰酸酯化合物与所述活泼氢化合物的摩尔比为1:0.5-1:2;

[0023] 及/或,所述初始产物与所述二烯丙基胺的摩尔比为1:1.1-1:1.5;

[0024] 及/或,所述中间产物与所述季铵化试剂的摩尔比为1:1.1-1:1.3;

[0025] 及/或,所述含仲胺基团的有机胺单体、所述阳离子单体与所述可聚合单体的质量比为1:(4-20):(1-8);所述引发剂的质量为所述可聚合单体、所述含仲胺基团的有机胺单体与所述阳离子单体的总质量的0.1%-1.5%。

[0026] 在其中一个实施例中,所述初始反应的温度为60℃-80℃,反应时间为1h-2h;

[0027] 及/或,所述中间反应的温度为60℃-80℃,反应时间为2h-3h;

[0028] 及/或,所述季铵化反应的温度为100℃-120℃,反应时间为3h-4h;

[0029] 及/或,所述聚合反应的温度为80℃-85℃,反应时间为3h-5h。

[0030] 本发明所述的阳离子聚合物的制备方法中,通过异氰酸酯基与-NH-反应可使二烯丙基胺在含双端烯基的基础上接入-NCO活性基团,并利用季铵化反应使中间产物成为具有阳离子活性的可聚合单体。由于在合成可聚合单体过程中将-NCO活性基团进行封端,保证了可聚合单体在聚合反应过程中不会因-NCO活性基团参与反应而失去活性。

[0031] 进一步地,通过三元共聚反应将可聚合单体、含仲胺基团的有机胺单体与阳离子单体进行聚合构成阳离子聚合物,使阳离子聚合物结构中不仅具有封端-NCO活性基团,而且引入了-NH-,提高了阳离子聚合物的阳离子度,使阳离子聚合物具有多元化的结构。

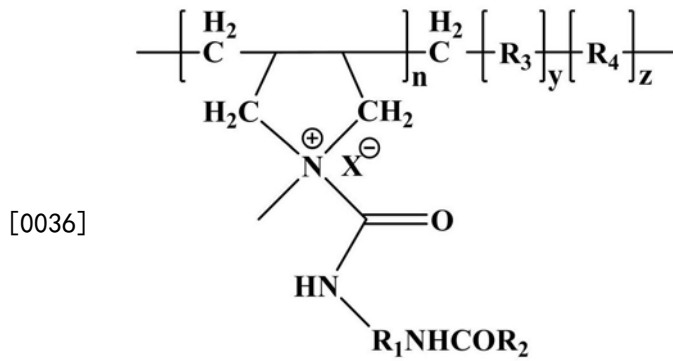
[0032] 一种如上所述的阳离子聚合物在纺织品加工中的应用。

[0033] 本发明所述的阳离子聚合物作为固色剂时,由于其具有较强的阳离子活性,当阳离子聚合物的阳离子性与染料的阴离子性相结合会发生色淀,可防止染料因离子化而从织物上脱落及水解,从而提高色牢度。同时,阳离子聚合物与织物及染料间还具有很强的氢键作用,而且阳离子聚合物分子结构中的-NCO活性基团也能与织物结构中的活性-OH进行反应,产生共价键,使固色剂连同染料可以牢牢的固着在织物表面,能在织物表面成网状膜,覆盖住易脱落的染料,进一步提高织物各方面的染色牢度。

具体实施方式

[0034] 以下将对本发明提供的阳离子聚合物及其制备方法和应用作进一步说明。

[0035] 本发明提供阳离子聚合物的结构式如下式(1)所示,

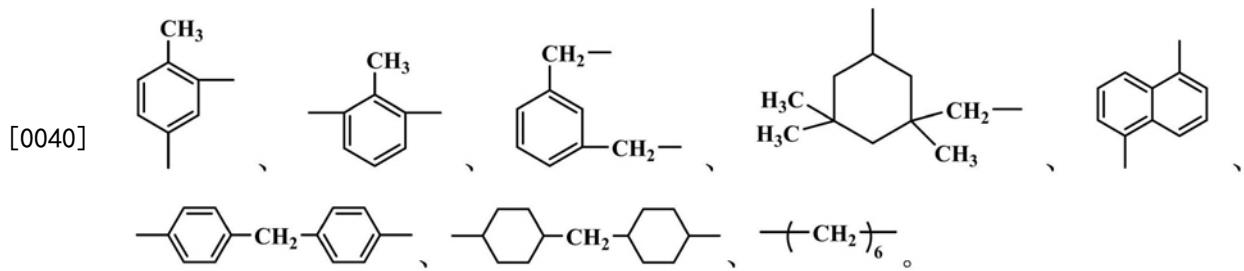


式 (1)

[0037] 式(1)中, $-R_1-$ 选自碳原子数为6-13的碳链中的至少一种, $-R_2$ 选自碳原子数为3-7的脞类端基、酚类端基、酯类端基、酮类端基、亚硫酸根离子中的至少一种, $-R_3-$ 为含仲胺基团的有机胺单体的结构单元, $-R_4-$ 为阳离子单体的结构单元, X 包括 $\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ 、 CH_3OCOO^- 中的至少一种, n 、 y 、 z 均为整数, 且 $n=1-5$, $y=1-8$, $z=2-16$ 。

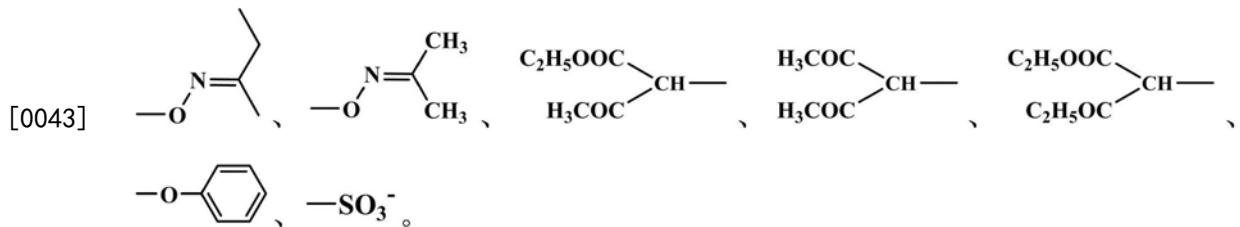
[0038] 应予说明的是, $-R_2$ 结构单元由碳原子数为3-7的脞类化合物、酚类化合物、酯类化合物、酮类化合物、亚硫酸氢盐在制备反应中脱除氢后所得; $-R_3-$ 结构单元由含仲胺基团的有机胺单体在聚合反应中打开碳碳双键后所得; $-R_4-$ 结构单元由阳离子单体在聚合反应中打开碳碳双键或开环后所得。

[0039] 在一些实施方式中, 所述 $-R_1-$ 选自以下结构中的至少一种:



[0041] 优选为 中的至少一种。

[0042] 在一些实施方式中, 所述 $-R_2$ 选自以下结构中的至少一种:



[0044] 优选为 中的至少一种。

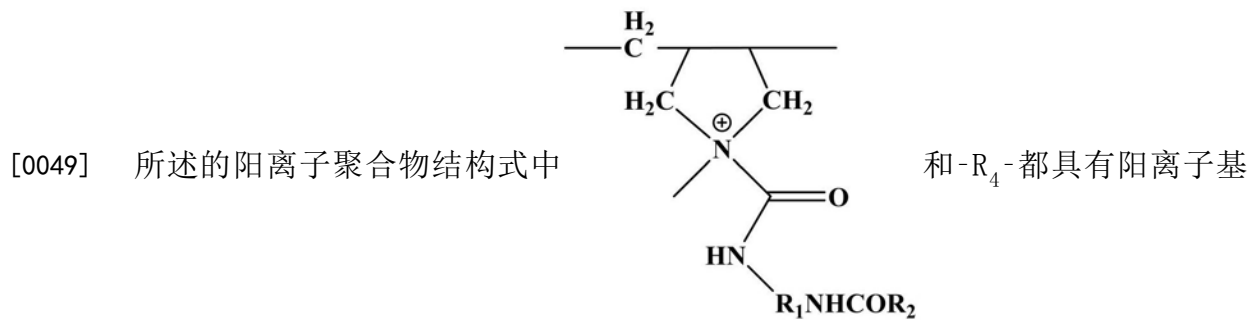
[0045] 本发明所述阳离子聚合物的结构式中, 由于 $-R_1-$ 、 $-R_2$ 所在的结构单元中含有封端-NCO活性基团, 在高温下可以解封出-NCO活性基团, 与基材中的-OH和-NH反应构成共价结

合,提高阳离子聚合物与基材之间的结合力,解决了传统阳离子聚合物因不具备活性基团导致结合力较低的问题。

[0046] 在一些实施方式中,所述含仲胺基团的有机胺单体包括二烯丙基胺、环乙烯亚胺、顺丁烯二酰亚胺、N-甲基顺丁烯二酰亚胺、N-乙基顺丁烯二酰亚胺中的至少一种。

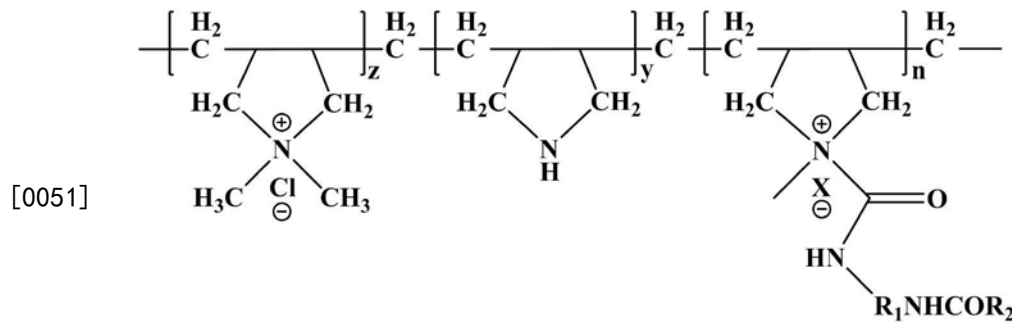
[0047] 在所述阳离子聚合物的结构式中引入仲胺基团,一方面,可以与基材中的-OH和-NH产生氢键作用,进一步提高阳离子聚合物与基材间的相互作用;另一方面,仲胺基团还可以与阳离子聚合物结构中高温解封的-NCO活性基团反应,使分子链间相互交联形成网状的膜,提高阳离子聚合物的成膜性。为了减少-NH的位阻、提高-NH的氢键作用和交联性,所述含仲胺基团的有机胺单体优选为二烯丙基胺、环乙烯亚胺中的至少一种。

[0048] 在一些实施方式中,所述阳离子单体包括N-甲基二烯丙基胺、二甲基二烯丙基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基二甲基氯化铵、丙烯酰胺的至少一种。



团,丰富的阳离子基团使阳离子聚合物具有较强的阳离子活性和可调的阳离子度。为了保证聚合物所需的阳离子强度,所述阳离子单体优选为二甲基二烯丙基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基二甲基氯化铵中的至少一种。

[0050] 在一些实施方式中,由于所述的阳离子聚合物与基材之间需要有较强的结合力,所述阳离子聚合物的结构式优选为如下式(1-1)所示,



式(1-1)

[0052] 本发明还提供一种所述的阳离子聚合物的制备方法,包括如下步骤:

[0053] S1,将具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物与活泼氢化合物在有机溶剂中混合并进行初始反应,获得初始产物,其中,所述活泼氢化合物包括肟类化合物、酚类化合物、酯类化合物、酮类化合物、亚硫酸氢盐中的至少一种;

[0054] S2,将所述初始产物与二烯丙基胺混合并进行中间反应,获得中间产物;

[0055] S3,将所述中间产物与季铵化试剂混合并进行季铵化反应,获得可聚合单体,其中,所述季铵化试剂包括硫酸二甲酯、碳酸二甲酯中的至少一种;

[0056] S4,将所述可聚合单体与含仲胺基团的有机胺单体、阳离子单体、稀酸、溶剂以及

引发剂混合并进行聚合反应,得到阳离子聚合物。

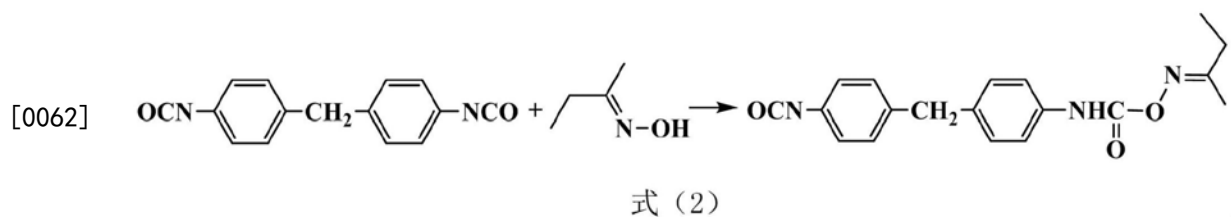
[0057] 为了提升阳离子聚合物与基材的结合能力,选择将-NCO活性基团接入所述阳离子聚合物的结构中。但是,由于在聚合反应过程中,-NCO活性基团会因参与反应而失去活性。因此,在步骤S1和S2中,将-NCO活性基团进行封端,确保封端的-NCO活性基团在利用时再进行解封活性。

[0058] 其中,所述具有双异氰酸酯基的异氰酸酯化合物包括2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、1,6-己二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、苯二亚甲基二异氰酸酯、萘-1,5-二异氰酸酯、二环己基甲烷二异氰酸酯中的至少一种,优选为二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、二环己基甲烷二异氰酸酯中的至少一种。

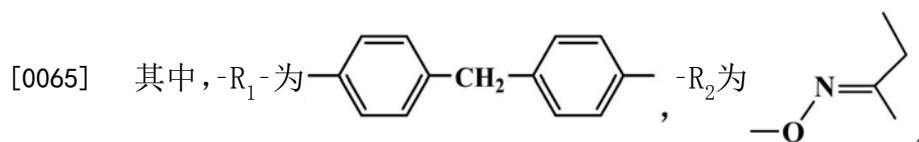
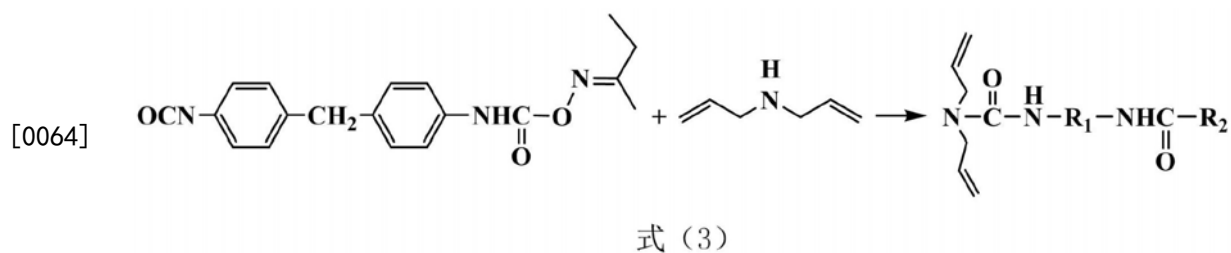
[0059] 具体地,所述活泼氢化合物包括甲乙酮肟、苯酚、丙酮肟、乙酰乙酸乙酯、乙酰丙酮、丙二酸二乙酯、亚硫酸氢钠、亚硫酸氢钾、亚硫酸氢镁、亚硫酸氢钙、亚硫酸氢铷、亚硫酸氢铯中的至少一种,优选为甲乙酮肟、乙酰乙酸乙酯、亚硫酸氢钠中的至少一种。

[0060] 在其中一个实施例中,所述异氰酸酯化合物与所述活泼氢化合物的摩尔比为1:0.5-1:2,优选为1:1。所述有机溶剂包括N,N-二甲基甲酰胺、丙酮、丁酮、二丙二醇二甲醚、二氧六环中的至少一种。所述初始产物与所述二烯丙基胺的摩尔比为1:1.1-1:1.5,优选为1:1.4。所述初始反应的温度为60℃-80℃,反应时间为1h-2h。所述中间反应的温度为60℃-80℃,反应时间为2h-3h。

[0061] 为了进一步表明步骤S1和S2的反应过程,以二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯与甲乙酮肟为例,则所述步骤S1的反应方程式分别如下式(2)所示:



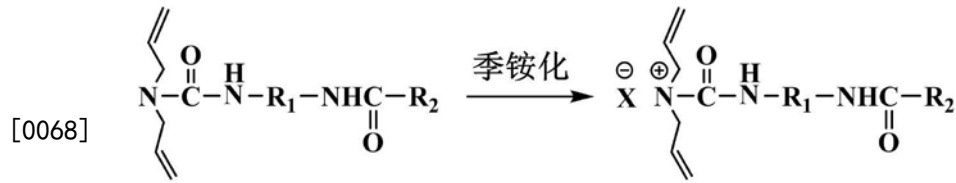
[0063] 所述步骤S2的反应方程式分别如下式(3)所示:



[0066] 步骤S3中,通过季铵化反应使中间产物成为具有阳离子活性的可聚合单体,为最终的阳离子聚合物提供了部分阳离子。其中,所述中间产物与所述季铵化试剂的摩尔比为1:1.1-1:1.3,优选为1:1.18;所述季铵化反应的温度为100℃-120℃,反应时间为3h-4h。

[0067] 为了进一步表明步骤S3的反应过程,以上述式(3)产生的中间产物与硫酸二甲酯

作为季铵化试剂为例,则所述步骤S3的反应方程式如下式(4)所示:

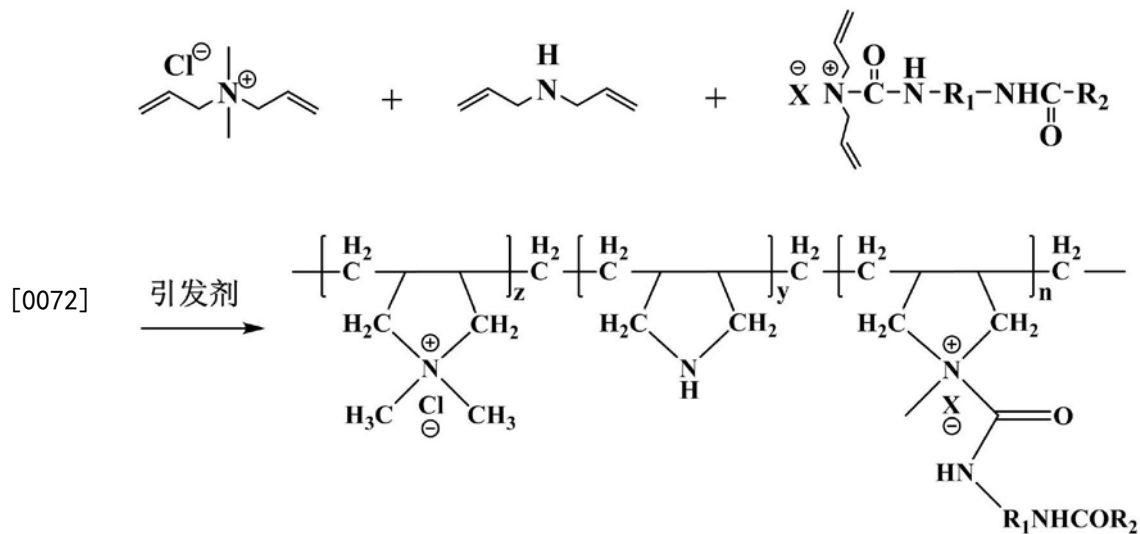


式(4)

[0069] 步骤S4中,通过三元共聚反应将可聚合单体、含仲胺基团的有机胺单体与阳离子单体进行聚合构成阳离子聚合物,使阳离子聚合物结构中不仅具有封端-NCO活性基团,而且引入了-NH-,提高了阳离子聚合物的阳离子度,使阳离子聚合物具有多元化的结构。

[0070] 在其中一个实施例中,所述含仲胺基团的有机胺单体、所述阳离子单体与所述可聚合单体的质量比为1:(4-20):(1-8),优选为1:10:1.5。所述稀酸包括冰醋酸、盐酸、硫酸、磷酸中的至少一种,其中,盐酸的质量浓度为10%-37%,硫酸的质量浓度为10%-40%,磷酸的质量浓度为10%-40%。所述溶剂为水。所述引发剂选自双氧水、偶氮二异丁腈盐酸盐、过硫酸钾、过硫酸铵、过硫酸铵中的至少一种与亚硫酸氢钠构成的组合引发剂,且其与亚硫酸氢钠的摩尔比为3:1,其中,所述双氧水的质量浓度为50%。具体地,所述引发剂的质量为所述可聚合单体、所述含仲胺基团的有机胺单体与所述阳离子单体的总质量的0.1%-1.5%。所述聚合反应的温度为80℃-85℃,反应时间为3h-5h。

[0071] 为了进一步表明步骤S4的反应过程,以上述式(4)产生的可聚合单体与二烯丙基胺、二甲基二烯丙基氯化铵为例,则所述步骤S4的反应方程式如下式(5)所示:



式(5)

[0073] 本发明还提供一种如上所述的阳离子聚合物在纺织品加工中的应用。

[0074] 本发明所述的阳离子聚合物作为固色剂时,由于其具有较强的阳离子活性,当阳离子聚合物的阳离子性与染料的阴离子性相结合会发生色淀,可防止染料因离子化而从织物上脱落及水解,从而提高色牢度。同时,阳离子聚合物与织物及染料间还具有很强的氢键作用,而且阳离子聚合物分子结构中的-NCO活性基团也能与织物结构中的活性-OH进行反应,产生共价键,使固色剂连同染料可以牢牢的固着在织物表面,能在织物表面成网状膜,覆盖住易脱落的染料,进一步提高织物各方面的染色牢度。

[0075] 以下,将通过以下具体实施例对所述阳离子聚合物及其制备方法和应用做进一步的说明。

[0076] 实施例1

[0077] 将34.8g的2,4-甲苯二异氰酸酯、40g的N,N-二甲基甲酰胺加入到反应器中,升温至80℃,加入17.4g的甲乙酮肟,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为56.61%。

[0078] 继续向反应器中加入23.13g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为65.31%。

[0079] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入30.5g的硫酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为72.5%。

[0080] 将88g的二甲基二烯丙基氯化铵、10g的二烯丙基胺、12g的所合成的可聚合单体、150g的水、5g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。

[0081] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0082] 实施例2

[0083] 将50g的二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、56.3g的N,N-二甲基甲酰胺加入到反应器中,升温至80℃,加入18.82g的苯酚,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为54.91%。

[0084] 继续向反应器中加入27.34g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为63.02%。

[0085] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入32.79g的硫酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为70.35%。

[0086] 将85g的二甲基二烯丙基氯化铵、5g的二烯丙基胺、10g的所合成的可聚合单体、150g的水、5g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。

[0087] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0088] 实施例3

[0089] 将52.47g的二环己基甲烷二异氰酸酯、55g的丁酮加入到反应器中,升温至80℃,加入14.62g的丙酮肟,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为54.95%。

[0090] 继续向反应器中加入27.34g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为63.76%。

[0091] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入23.42g的碳酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为71.02%。

[0092] 将80g的二甲基二烯丙基氯化铵、8g的二烯丙基胺、12g的所合成的可聚合单体、150g的水、4g的盐酸(质量浓度为37%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。

- [0093] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。
- [0094] 实施例4
- [0095] 将44.46g的异佛尔酮二异氰酸酯、40g的二氧六环加入到反应器中,升温至80℃,加入20.81g的亚硫酸氢钠,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为56.87%。
- [0096] 继续向反应器中加入27.34g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为63.56%。
- [0097] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入23.42g的硫酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为73.45%。
- [0098] 将86g的二甲基二烯丙基氯化铵、5g的二烯丙基胺、12g的所合成的可聚合单体、150g的水、1g的冰醋酸、0.4g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。
- [0099] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。
- [0100] 实施例5
- [0101] 将33.64g的2,6-甲苯二异氰酸酯、40g的二氧六环加入到反应器中,升温至80℃,加入20.81g的亚硫酸氢钠,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为56.65%。
- [0102] 继续向反应器中加入27.34g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为62.16%。
- [0103] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入23.42g的硫酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为70.98%。
- [0104] 将88g的甲基丙烯酰氧乙基二甲基氯化铵、4.5g的二烯丙基胺、11g的所合成的可聚合单体、150g的水、5g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。
- [0105] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。
- [0106] 实施例6
- [0107] 将35.25g的1,6-己二异氰酸酯、46g的丙酮加入到反应器中,升温至80℃,加入20.5g的亚硫酸氢钠,保温反应2h后得到无色透明略粘液体,即反应得到了初始产物,且固含量为56.35%。
- [0108] 继续向反应器中加入25g的二烯丙基胺,于80℃保温条件下继续反应3h,得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了中间产物,且固含量为62.7%。
- [0109] 将含有中间产物的反应液升温至100℃,加入24.5g的硫酸二甲酯,于100℃保温条件下反应4h后得到浅黄色透明略粘液体,即反应得到了可聚合单体,且固含量为73.42%。
- [0110] 将85g的二甲基二烯丙基氯化铵、6g顺丁烯二酰亚胺、10g的所合成的可聚合单体、150g的水、5g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组

合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。

[0111] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0112] 对比例1

[0113] 将88g的二甲基二烯丙基氯化铵、10g的二烯丙基胺、2g的丙烯酰胺、150g的水、5g的硫酸(质量浓度为40%)加入到反应器中,升温至80℃,滴加3g的过硫酸钾组合引发剂水溶液(质量浓度为50%),于80℃保温条件下反应5h后得到阳离子聚合物。

[0114] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0115] 对比例2

[0116] 对比例2与实施例1的区别仅在于,采用98g的二烯丙基胺代替88g的二甲基二烯丙基氯化铵、10g的二烯丙基胺。

[0117] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0118] 对比例3

[0119] 对比例3与实施例1的区别仅在于,采用98g的二甲基二烯丙基氯化铵代替88g的二甲基二烯丙基氯化铵、10g的二烯丙基胺。

[0120] 将制备得到的阳离子聚合物用于棉织物进行固色效果测试,测试结果如表1所示。

[0121] 表1

[0122]	耐洗沾	耐汗渍色牢		水泡牢度 (水泡脚水 颜色)	耐摩擦色		色差 /ΔE	色牢牢 度/级
	色牢度/ 级	度/级	度/级		干	湿		
		酸	碱					

[0123]

固色前	2 ^a	2-3 ^a	2 ^a	红色 ^a	3 ^a	1 ^a	-	2-3 ^a
	2 ^b	2-3 ^b	2-3 ^b	深蓝色 ^b	3-4 ^b	2-3 ^b	-	2-3 ^b
固色剂Y	3 ^a	3-4 ^a	3 ^a	淡粉色 ^a	4 ^a	2-3 ^a	1.64 ^a	3 ^a
	3-4 ^b	4 ^b	3-4 ^b	无色 ^b	4-5 ^b	4 ^b	2.89 ^b	3 ^b
实施例1	3-4 ^a	3-4 ^a	4 ^a	淡粉色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.29 ^a	3-4 ^a
	3-4 ^b	4 ^b	4 ^b	无色 ^b	4-5 ^b	3-4 ^b	0.38 ^b	3-4 ^b
实施例2	4 ^a	4 ^a	4 ^a	淡粉色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.26 ^a	4 ^a
	4 ^b	4 ^b	4 ^b	无色 ^b	4-5 ^b	3-4 ^b	0.42 ^b	4 ^b
实施例3	4 ^a	4 ^a	4 ^a	无色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.21 ^a	4-5 ^a
	4 ^b	4 ^b	4 ^b	无色 ^b	4-5 ^b	3-4 ^b	0.36 ^b	4-5 ^b
实施例4	3-4 ^a	3-4 ^a	3-4 ^a	淡粉色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.34 ^a	4 ^a
	3-4 ^b	4 ^b	4 ^b	浅蓝色 ^b	4-5 ^b	3 ^b	0.57 ^b	4 ^b
实施例5	3-4 ^a	3-4 ^a	3-4 ^a	淡粉色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.38 ^a	4 ^a
	3-4 ^b	3-4 ^b	3-4 ^b	浅蓝色 ^b	4-5 ^b	3 ^b	0.65 ^b	4 ^b
实施例6	3 ^a	3-4 ^a	3-4 ^a	淡粉色 ^a	4-5 ^a	3 ^a	0.43 ^a	3-4 ^a
	3 ^b	3-4 ^b	4 ^b	浅蓝色 ^b	4-5 ^b	3 ^b	0.62 ^b	3-4 ^b
对比例1	3 ^a	3 ^a	3-4 ^a	粉色 ^a	4 ^a	2-3 ^a	0.53 ^a	3-4 ^a
	3 ^b	3 ^b	3-4 ^b	蓝色 ^b	4 ^b	2-3 ^b	0.72 ^b	3-4 ^b
对比例2	2-3 ^a	3-4 ^a	3 ^a	粉色 ^a	4 ^a	2-3 ^a	0.61	2-3 ^a
	2-3 ^b	3-4 ^b	3-4 ^b	蓝色 ^b	4 ^b	3 ^b	0.82 ^b	2-3 ^b
对比例3	2-3 ^a	3 ^a	3 ^a	粉色 ^a	4 ^a	2-3 ^a	0.63 ^a	3-4 ^a
	2-3 ^b	3 ^b	3-4 ^b	蓝色 ^b	4 ^b	3 ^b	0.91 ^b	3-4 ^b

[0124] 注：固色剂Y为常规双氰胺甲醛树脂结构固色剂；a为活性艳红棉纱卡，b为活性翠蓝棉纱卡。

[0125] 从表1可以看出，与现有的固色剂Y相比，本发明的阳离子聚合物使活性染料染色织物的色牢度性能更加优异，而且固色后织物色差变化也很小，有利于工厂对色。与对比例1-3相比，本发明的阳离子聚合物用于活性染料染色织物时，其耐洗沾色牢度、水泡牢度、耐

汗渍色牢度、耐色泣牢度均提升1-2级；耐摩擦色牢度提升0.5-1级。这说明本发明的阳离子聚合物用于活性染料染色织物能够显著改善活性染料，尤其是色泽较鲜艳的活性艳红、活性翠蓝染色织物的色牢度。综上所述，本发明的阳离子聚合物用于棉织物可以有效提升其色牢度及耐洗性。

[0126] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合，为使描述简洁，未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述，然而，只要这些技术特征的组合不存在矛盾，都应当认为是本说明书记载的范围。

[0127] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式，其描述较为具体和详细，但并不能因此而理解为对发明专利范围的限制。应当指出的是，对于本领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明构思的前提下，还可以做出若干变形和改进，这些都属于本发明的保护范围。因此，发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。