



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114703669 A

(43) 申请公布日 2022.07.05

(21) 申请号 202210335376.2 *D06M 13/228* (2006.01)  
(22) 申请日 2022.03.31 *D06M 13/192* (2006.01)  
(71) 申请人 浙江传化功能新材料有限公司 *D06M 13/188* (2006.01)  
地址 312000 浙江省杭州市钱塘新区新世 *D06M 13/184* (2006.01)  
纪大道1818号 *D06M 11/70* (2006.01)  
申请人 杭州传化精细化工有限公司 *D06M 11/55* (2006.01)  
杭州传化智联硅创新材料有限公司 *D06M 101/32* (2006.01)  
*D06M 101/06* (2006.01)  
(72) 发明人 苏金鹏 李天栋 王洪清 胡义娇  
陈益丽 李翔 郦少奇 姜海蛟  
(74) 专利代理机构 武汉华之喻知识产权代理有  
限公司 42267  
专利代理师 彭翠 张彩锦  
(51) Int.Cl.  
*D06M 15/643* (2006.01)  
*D06M 15/53* (2006.01)

权利要求书1页 说明书9页 附图3页

(54) 发明名称

一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于纺织品柔软剂技术领域,更具体地,涉及一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂及其制备方法。本发明高稳定抗酚黄变硅油柔软剂,按照质量份计,包括5-40份的硅油、2-20份的乳化剂,0.2-1份的助乳化剂,2-15份的溶剂,0.5-5份的抗酚黄变剂,15-120份的去离子水。本发明的柔软剂通过优选合理原料,克服了高胺值硅油酚黄变严重以及抗酚黄变剂与柔软剂相容性差的难点,具有优异的抗酚黄变性能,手感柔软,同时也具备了良好的耐酸、耐碱、抗粘辊、耐剪切、离心、复配等稳定性,满足工业使用要求和出口要求。



1. 一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂,其特征在于,按照质量份计,包括5-40份的硅油、2-20份的乳化剂,0.2-1份的助乳化剂,2-15份的溶剂,0.5-5份的抗酚黄变剂,15-120份的去离子水。

2. 如权利要求1所述的柔软剂,其特征在于,所述硅油为氨基硅油或嵌段硅油,所述氨基硅油含固量 $\geq 95\%$ ,粘度为500~5000mPa·s,胺值为0.1~1.0mmol/g;所述嵌段硅油含固量 $\geq 80\%$ ,粘度为1000~20000mPa·s,胺值为0.1~0.5mmol/g。

3. 如权利要求1所述的柔软剂,其特征在于,所述乳化剂为异构十三醇聚氧乙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚或异构十醇聚氧乙烯醚的一种或几种的组合。

4. 如权利要求1所述的柔软剂,其特征在于,所述助乳化剂为盐酸、硫酸、磷酸、甲酸、乙酸、丙酸、丁酸以及碳原子数小于10的其它液体脂肪酸中的一种或几种的组合。

5. 如权利要求1所述的柔软剂,其特征在于,所述溶剂为乙二醇丁醚、二乙二醇丁醚、二丙二醇丁醚、异丙醇、乙二醇、丙二醇、一缩二丙二醇中的一种或几种的组合。

6. 如权利要求1所述的柔软剂,其特征在于,所述抗酚黄变剂为3-羟基丙酸、硫酸、磷酸、乳酸、柠檬酸、草酸、水杨酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物、磺基水杨酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物、苯甲酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物中的一种或几种的组合。

7. 如权利要求1至6任一项所述柔软剂的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将配方量的硅油、乳化剂和溶剂混合,搅拌均匀得到第一原油;

(2) 向步骤(1)得到的第一原油中加入助乳化剂和部分去离子水,搅拌均匀得到第二原油;

(3) 向步骤(2)所述第二原油中分多次加入剩余的去离子水,搅拌均匀得到第三原油;

(4) 向所述第三原油中加入抗酚黄变剂,搅拌均匀得到所述柔软剂。

8. 如权利要求7所述的制备方法,其特征在于,所述搅拌其搅拌温度为40~60℃,搅拌时间为30~60min。

9. 如权利要求7所述的制备方法,其特征在于,所述搅拌其搅拌速度为200~1500rpm。

## 一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于纺织品柔软剂技术领域,更具体地,涉及一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 纺织品在运输、储存过程中经常出现泛黄现象,其中较为常见的为酚黄变。酚黄变的引发原因在于,织物所用包装材料中大多数会添加酚类抗氧化剂,如2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(简称BHT)。由于BHT在包装材料中的溶解度很小,在储存过程中会转移至织物表面,并与空气中的氮氧化物发生复杂的化学反应,形成黄色物质,从而引起织物的黄变。一般来说,化纤面料(如涤纶、锦纶等)中会添加较多的BHT,更容易发生酚黄变现象。

[0003] 另外,有机硅柔软剂作为纺织品染整加工中使用最为广泛的后整理加工助剂,也是引起纺织品酚黄变的一个重要因素。有机硅类柔软剂手感优异,能满足绝大部分工厂的需求。但是柔软剂链段上通常存在大量的氨基会引起织物的黄变和酚黄变;通常来说,柔软剂氨基数量越多,胺值越大,包装运输过程中储存酚黄变大,对酚黄变进行改进的难度也越大,这种现象严重困扰着印染加工厂。

[0004] 目前工厂普遍使用的方法是在织物后整理时分别加入柔软剂和抗酚黄变剂进行复配,存在两道加料工序;同时会存在抗酚黄变剂与柔软剂相容性不佳、混合不均匀等问题,会使织物表面出现硅斑等现象,影响织物的使用和布料的质量。因此,寻找合适的原料,制备同时具有高手感和抗酚黄变性能的柔软剂,具有良好的市场前景。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术的缺陷,本发明提供了一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂及其制备方法,通过对该硅油柔软剂各组分进行复配筛选,最终获得一种兼具稳定性、酚黄变等级高以及手感优异的柔软剂,解决了现有技术柔软剂硅油链段中的氨基导致酚黄变大,柔软剂成分和抗酚黄变剂相容性不佳等的技术问题。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供了一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂,按照质量份计,包括5-40份的硅油、2-20份的乳化剂,0.2-1份的助乳化剂,2-15份的溶剂,0.5-5份的抗酚黄变剂,15-120份的去离子水。

[0007] 优选地,所述硅油为氨基硅油或嵌段硅油,所述氨基硅油含固量 $\geq 95\%$ ,粘度为 $500\sim 5000\text{mPa}\cdot\text{s}$ ,胺值为 $0.1\sim 1.0\text{mmol/g}$ ;所述嵌段硅油含固量 $\geq 80\%$ ,粘度为 $1000\sim 20000\text{mPa}\cdot\text{s}$ ,胺值为 $0.1\sim 0.5\text{mmol/g}$ 。

[0008] 优选地,所述乳化剂为异构十三醇聚氧乙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚或异构十醇聚氧乙烯醚的一种或几种的组合。

[0009] 优选地,所述助乳化剂为甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、盐酸、硫酸、磷酸以及碳原子数小于10的其它液体脂肪酸中的一种或几种的组合。

[0010] 优选地,所述溶剂为乙二醇丁醚、二乙二醇丁醚、二丙二醇丁醚、异丙醇、乙二醇、

丙二醇、一缩二丙二醇中的一种或几种的组合。

[0011] 优选地,所述抗酚黄变剂为3-羟基丙酸、硫酸、磷酸、乳酸、柠檬酸、草酸、水杨酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物、磺基水杨酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物、苯甲酸及其羧基上连接的碳原子数小于或等于4的同系物中的一种或几种的组合。

[0012] 按照本发明的另一个方面,提供了一种所述的柔软剂的制备方法,包括如下步骤:

[0013] (1) 将配方量的硅油、乳化剂和溶剂混合,搅拌均匀得到第一原油;

[0014] (2) 向步骤(1)得到的第一原油中加入助乳化剂和部分去离子水,搅拌均匀得到第二原油;

[0015] (3) 向步骤(2)所述第二原油中分多次加入剩余的去离子水,搅拌均匀得到第三原油;

[0016] (4) 向所述第三原油中加入抗酚黄变剂,搅拌均匀得到所述柔软剂。

[0017] 优选地,所述搅拌其搅拌温度为40~60℃,搅拌时间为30~60min。

[0018] 优选地,所述搅拌其搅拌速度为200~1500rpm,进一步优选为300~1000rpm。

[0019] 总体而言,通过本发明所构思的以上技术方案与现有技术相比,具有以下有益效果:

[0020] (1) 本发明通过选用合理的乳化剂、助乳化剂以及抗酚黄变剂,解决了高胺值硅油乳液酚黄变大的问题,所得乳液兼具抗酚黄变性能和高手感。乳液的抗酚黄变等级最高可达5级,超过市面上的柔软剂以及抗酚黄变剂;同时,本发明的柔软剂较少的使用量就可达到良好的手感效果,性价比高。

[0021] (2) 本发明克服了抗酚黄变剂与氨基硅油/嵌段硅油相容性差的缺点,乳液稳定性佳,在室温下放置一年也不分层不漂油;55℃~65℃放置半个月以上不分层不漂油,满足出口运输的要求;同时也具备了良好的耐酸、耐碱、抗粘辊、耐剪切、离心、复配等稳定性,满足工业使用要求。

[0022] (3) 本发明所制备的柔软剂工艺简单,原料易得,制备方法稳定可行,重现性好,技术经济好,可直接利用现有设备,适合于大规模工业化生产。

## 附图说明

[0023] 图1为实施例3制备的柔软剂乳液耐粘辊测试照片;

[0024] 图2为实施例3制备的柔软剂乳液耐粘合剂测试照片;

[0025] 图3为实施例3制备的柔软剂乳液耐增白剂测试照片;

[0026] 图4为实施例3制备的柔软剂乳液耐固色剂测试照片;

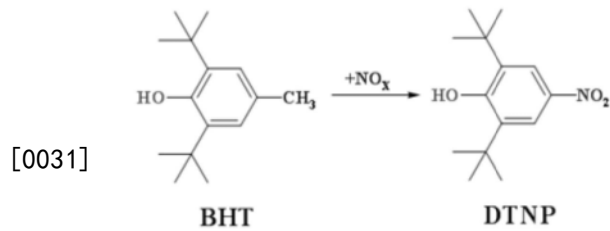
[0027] 图5为实施例3制备的柔软剂乳液在55℃放置2个月的照片;

[0028] 图6为实施例3制备的柔软剂乳液室温放置18个月的照片。

## 具体实施方式

[0029] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0030] 现有硅油柔软剂主要有氨基硅油和嵌段硅油两大类，它们的分子结构中均含有大量的氨基，极易引起织物的酚黄变，一般来说，氨基含量越高，酚黄变等级就越低，意味着更容易引起酚黄变现象。而酚黄变的成因与包装材料中的抗氧化剂2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)密切相关，其原理如式1所示：



式 1

[0032] 在氮氧化物的作用下，BHT会发生化学反应生成2,6-二叔丁基对硝基苯酚(DTNP)。DTNP在酸性状态下是无色的，当遇到碱性物时，则发生明显的黄变现象；另外，硅油分子结构中的氨基，也会与抗氧化剂BHT发生复杂的物理化学作用，引起黄变现象。作为纺织工业中用量极大的抗氧化剂之一，BHT的使用不可避免，尤其在化纤面料中更是如此。因此需要通过改变配方，调整乳液的pH，从而改善酚黄变等级。但乳液的酸性过强，又会降低乳液的稳定性，出现分层或者漂油现象。

[0033] 为此，本发明硅油柔软剂和抗酚黄变剂复配，并通过优化乳化剂、助乳化剂以及抗酚黄变剂的种类和用量，通过这些成分的协同作用，制备得到高胺值的高稳定抗酚黄变硅油柔软剂，同时满足抗酚黄变性能以及热稳定性的要求。

[0034] 本发明提出的一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂的制备方案，首先合成所需质量指标的硅油；然后将硅油、乳化剂与溶剂混合，并加助乳化剂和水转相，并加入抗酚黄变剂，制备得到高稳定的抗酚黄变硅油柔软剂。

[0035] 本发明提供的一种高稳定抗酚黄变硅油柔软剂，按照质量份计，包括5-40份的硅油、2-20份的乳化剂，0.2-1份的助乳化剂，2-15份的溶剂，0.5-5份的抗酚黄变剂，15-120份的去离子水。

[0036] 较佳实施例中，硅油的质量份数为10~30份，更佳为15~25份；乳化剂较佳为5-15份，更佳为6-12份；助乳化剂较佳为0.3-0.8份，更佳为0.4-0.6份；溶剂较佳为3-10份，更佳为4-8份；抗酚黄变剂较佳为1-3份，更佳为1.5-2.5份；水较佳为30~80份，更佳为40~60份。

[0037] 一些实施例中，所述硅油为氨基硅油或嵌段硅油，所述氨基硅油含固量 $\geq 95\%$ ，较佳为 $\geq 97\%$ ，更佳为 $\geq 99\%$ ；粘度500~5000mPa·s，较佳为1000~4000mPa·s，更佳为2000~3000mPa·s；胺值0.1~1.0mmol/g，较佳为0.2~0.6mmol/g，更佳为0.25~0.45mmol/g。

[0038] 本发明可按照现有技术方法合成所述的氨基硅油或嵌段硅油，其中一些实施例中合成所述氨基硅油原料为硅氧烷、氨基硅氧烷和封端剂；硅氧烷可以为二甲基环硅氧烷混合物(DMC)、八甲基环四硅氧烷、线性体中的一种或两种以上的组合，但不限于此；氨基硅氧烷可以为N-β-(氨乙基)-γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、环己氨丙基甲基二甲氧基硅烷、4-烯丙氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶中的一种或两种以上的组合，但不限于此；封端剂可以为MM封端剂、MDM、MD<sub>4</sub>M封端剂中的一种或两种以上的组合，但不限于此。

[0039] 一些实施例中,所述嵌段硅油含固量 $\geq 80\%$ ,较佳为 $\geq 85\%$ ,更佳为 $\geq 90\%$ ;粘度 $1000\sim 20000\text{mPa}\cdot\text{s}$ ,较佳为 $2000\sim 15000\text{mPa}\cdot\text{s}$ ,更佳为 $3000\sim 10000\text{mPa}\cdot\text{s}$ ;胺值 $0.1\sim 0.5\text{mmol/g}$ ,较佳为 $0.15\sim 0.3\text{mmol/g}$ 。

[0040] 一些实施例中,合成嵌段硅油原料为环氧硅油和聚醚胺;环氧硅油的环氧值为 $0.010\sim 0.060\text{eq}/100\text{g}$ ,较佳为 $0.015\sim 0.045\text{eq}/100\text{g}$ ,更佳为 $0.020\sim 0.030\text{eq}/100\text{g}$ 。聚醚胺可以为D-230、D400、ED-600、ED-900、ED1200、ED2003、T403中的一种或两种以上的组合,但不限于此。

[0041] 一些实施例中,所述乳化剂为不同EO数的异构十三醇聚氧乙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚或异构十醇聚氧乙烯醚的一种或几种的组合。其中,异构十三醇聚氧乙烯醚的分子式为 $\text{C}_{13}\text{H}_{27}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ ,其中n为环氧乙烷加成物质的量,n为 $3\sim 40$ 的整数,但不限于此;脂肪醇聚氧乙烯醚的分子式为 $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m\text{H}$ ,m为 $3\sim 20$ 的整数,但不限于此;异构十醇聚氧乙烯醚的分子式为 $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_x\text{H}$ ,其中x=3、4、5、6、7、8、9、10、14。

[0042] 一些实施例中,所述助乳化剂为甲酸、乙酸、丙酸、丁酸等碳数为10以下的液体脂肪酸、盐酸、硫酸、磷酸中的一种或几种的组合,但不限于此。

[0043] 一些实施例中,所述溶剂为乙二醇丁醚、二乙二醇丁醚、二丙二醇丁醚、异丙醇、乙二醇、丙二醇、一缩二丙二醇中的一种或几种的组合,但不限于此。

[0044] 一些实施例中,所述抗酚黄变剂为3-羟基丙酸、硫酸、磷酸、乳酸、柠檬酸、草酸、水杨酸及其羧基上连接的碳原子数为4以下的同系物、磺基水杨酸及其羧基上连接的碳原子数为4以下的同系物、苯甲酸及其羧基上连接的碳原子数为4以下的同系物、抗坏血酸中的一种或几种的组合;较佳为3-羟基丙酸、磷酸、乳酸、柠檬酸、水杨酸。本发明在实验过程中也尝试采用长碳链的磺酸型抗酚黄变剂、羧酸型抗酚黄变剂,比如十二烷基苯磺酸、硬脂酸等抗酚黄变剂,但是实验发现,相对于小分子无机酸或有机酸抗酚黄变剂,长碳链磺酸型或羧酸型康酚黄变试剂最终制备得到的柔软剂乳液稳定性很差,可能是由于该类抗酚黄变剂与乳液中其他组分不相容导致。

[0045] 本发明还提供了一种所述抗酚黄变硅油柔软剂的制备方法,包括如下步骤:

[0046] (1) 将配方量的硅油、乳化剂和溶剂混合,搅拌均匀得到第一原油;

[0047] (2) 向步骤(1)得到的第一原油中加入助乳化剂和部分去离子水,搅拌均匀得到第二原油;

[0048] (3) 向步骤(2)所述第二原油中分多次加入剩余的去离子水,搅拌均匀得到第三原油;

[0049] (4) 向所述第三原油中加入抗酚黄变剂,搅拌均匀得到所述柔软剂。

[0050] 一些实施例中,所述搅拌其搅拌温度为 $40\sim 60^\circ\text{C}$ ,较佳为 $45\sim 55^\circ\text{C}$ ;搅拌时间为 $30\sim 60\text{min}$ ;搅拌其搅拌速度为 $200\sim 1500\text{rpm}$ ,较佳为 $300\sim 1000\text{rpm}$ ,更佳为 $400\sim 700\text{rpm}$ 。

[0051] 一些实施例中,将配方量的硅油、乳化剂和溶剂加入到反应釜中,于 $40\sim 60^\circ\text{C}$ 搅拌 $30\sim 60\text{min}$ ,得到第一原油;搅拌均匀后,加入助乳化剂和第一原油重量 $40\%\sim 80\%$ 的去离子水,搅拌 $30\sim 60\text{min}$ ,得到第二原油;再加入第二原油重量 $0.8\sim 1.2$ 倍的去离子水,搅拌 $30\sim 60\text{min}$ ;最后加入剩余的去离子水,搅拌 $25\sim 35\text{min}$ ;最后加入抗酚黄变剂,搅拌 $30\sim 60\text{min}$ 。

[0052] 本发明的柔软剂通过合理筛选乳液组分原料,克服了高胺值硅油酚黄变严重以及抗酚黄变剂与柔软剂相容性差的难点,具有优异的抗酚黄变性能,手感柔软。经测试,本发

明制备的高稳定抗酚黄变硅油柔软剂的抗酚黄变等级大于4级,优选实施例中可以达到4.5-5级;手感评分大于4分,优选实施例中可以达到4.5-5分;室温稳定性超过一年,一般可以达到15-20个月,优选实施例中可以达到1-2年;55℃~65℃放置半个月以上不分层不漂油,耐酸、耐碱、抗粘辊、耐剪切、离心、复配稳定性佳,不分层不漂油。优选实施例中,所述高稳定抗酚黄变硅油柔软剂在55℃下稳定性20~60天不分层不漂油;65℃下稳定性15~30天不分层不漂油。

[0053] 综上所述,本发明通过对不同结构的硅油、乳化剂、助乳化剂、抗酚黄变剂的种类和用量进行筛选,并对乳化温度、乳化过程工艺进行优化,制备得到高稳定抗酚黄变硅油柔软剂。所述柔软剂的抗酚黄变等级高,手感佳,室温稳定性和耐热稳定性好,可满足出口运输的要求;并且制备方法稳定可行,重现性好,技术经济好,可直接利用现有设备,便于大规模生产。

[0054] 以下结合若干较佳实施例对本发明的技术方案做更为详细的解释说明。以下所述的具体实施例仅用于进一步说明和解释本发明,并非是对本发明的限制;基于本发明方法的一些简单改进均应在权利要求的保护范围内。

[0055] 以下为对照例和实施例:

[0056] 对照例1

[0057] 步骤1. 选用DMC、N-β-(氨乙基)-γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MDM封头剂合成氨基硅油,指标为含固量95%,粘度为2500mPa·s,胺值为0.33mmol/g。

[0058] 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=3)、10g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=8)、15g二乙二醇丁醚加入搅拌器中,于50℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入1g冰醋酸、20g去离子水,于50℃搅拌30min,转速500rpm;再加入50g去离子水,于50℃搅拌30min,转速500rpm;最后加入50g水,即得柔软剂乳液。

[0059] 对本对照例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为2级,手感4.5分,55℃耐热稳定性28天分层。

[0060] 对照例2

[0061] 步骤1. 选用线性体、环己氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MM封头剂合成氨基硅油,指标为含固量95%,粘度为4000mPa·s,胺值为0.45mmol/g。

[0062] 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=6)、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=9)、12g异丙醇加入搅拌器中,55℃水浴搅拌60min,转速700rpm;随后加入1.2g盐酸、20g去离子水,55℃搅拌60min,转速700rpm;再加入50g去离子水,55℃搅拌60min,转速700rpm;继续加入110g去离子水,5℃搅拌60min,转速700rpm;最后加入2.5g十二烷基苯磺酸,即得柔软剂乳液。

[0063] 对本对照例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为3.5级,手感为4分,室温放置3个月分层,55℃放置2天分层。

[0064] 对照例3

[0065] 步骤1. 选用线性体、环己氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MM封头剂合成氨基硅油,指标为含固量95%,粘度为4000mPa·s,胺值为0.45mmol/g。

[0066] 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=6)、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=9)、12g异丙醇加入搅拌器中,55℃水浴搅拌60min,转速700rpm;随后加入

1.2g盐酸、20g去离子水,55℃搅拌60min,转速700rpm;再加入50g去离子水,55℃搅拌60min,转速700rpm;继续加入110g去离子水,5℃搅拌60min,转速700rpm;最后加入2.5g硬脂酸,即得柔软剂乳液。

[0067] 对本对照例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为3级,手感为4.2分,室温放置4个月分层,55℃放置5天分层。

[0068] 对照例4

[0069] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.030eq/100g)和聚醚胺ED2003合成嵌段硅油,指标为含固量86%,粘度为3000mPa·s,胺值为0.32mmol/g。

[0070] 步骤2. 将27g步骤1中合成的嵌段硅油、5g异构十醇聚氧乙烯醚(n=6)、4g异构十醇聚氧乙烯醚(n=9)、7g二乙二醇丁醚加入搅拌器中,于40℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入0.3g冰醋酸、25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;再加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;继续加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm,即得柔软剂乳液。

[0071] 对本对照例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为2.5级,手感4.3分,55℃耐热稳定性30天分层。

[0072] 对照例5

[0073] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.030eq/100g)和聚醚胺ED2003合成嵌段硅油,指标为含固量86%,粘度为3000mPa·s,胺值为0.32mmol/g。

[0074] 步骤2. 将27g步骤1中合成的嵌段硅油、5g异构十醇聚氧乙烯醚(n=6)、4g异构十醇聚氧乙烯醚(n=9)、7g二乙二醇丁醚加入搅拌器中,于40℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入0.3g冰醋酸、25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;再加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;继续加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;最后加入3g十二烷基苯磺酸,即得柔软剂乳液。

[0075] 对本对照例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为4级,手感4.2分,55℃耐热稳定性3天分层。

[0076] 对照例1和4没有额外添加抗酚黄变剂,制得乳液虽然稳定性较好,但酚黄变等级较低;对比例2、3和5采用十二烷基苯磺酸、硬脂酸作为抗酚黄变剂,实验发现制得的乳液稳定性较低,酚黄变等级也较低。

[0077] 实施例1

[0078] 步骤1. 选用DMC、N-β-(氨乙基)-γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MDM封头剂合成氨基硅油,指标为含固量95%,粘度为2500mPa·s,胺值为0.33mmol/g。

[0079] 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=3)、10g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=15)、15g二乙二醇丁醚加入搅拌器中,于50℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入1g盐酸、20g去离子水,于50℃搅拌30min,转速500rpm;再加入50g去离子水,于50℃搅拌30min,转速500rpm;最后加入100g水;最后加入2g 3-羟基丙酸,即得所述柔软剂乳液。

[0080] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为4.5级,棉酚黄变等级5级,手感4.5分,55℃ 20天稳定,65℃ 15天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐30g/L粘合剂,耐30g/L固色剂,耐5g/L增白剂,不分层不漂油。



**[0081] 实施例2**

**[0082]** 步骤1. 选用线性体、环己氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MM封头剂合成氨基硅油, 指标为含固量95%, 粘度为4000mPa·s, 胺值为0.45mmol/g。

**[0083]** 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=6)、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=9)、12g异丙醇加入搅拌器中, 55℃水浴搅拌60min, 转速700rpm; 随后加入1.2g盐酸、20g去离子水, 55℃搅拌60min, 转速700rpm; 再加入50g去离子水, 55℃搅拌60min, 转速700rpm; 继续加入110g去离子水, 5℃搅拌60min, 转速700rpm; 最后加入1.5g硫酸, 即得柔软剂乳液。

**[0084]** 对本实施例得到的柔软剂进行测试, 涤纶酚黄变等级为5级, 手感为4.3分, 55℃45天稳定, 60℃20天稳定; 室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉, 耐1g/L染料, 耐10g/L粘合剂, 耐10g/L固色剂, 耐2g/L增白剂, 不分层不漂油。

**[0085] 实施例3**

**[0086]** 步骤1. 选用八甲基环四硅氧烷、N-β-(氨乙基)-γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷和MD<sub>4</sub>M封头剂合成氨基硅油, 指标为含固量99.5%, 粘度为1500mPa·s, 胺值为0.33mmol/g。

**[0087]** 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=3)、10g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=9)、15g二乙二醇丁醚加入搅拌器中, 于50℃水浴搅拌30min, 转速500rpm; 随后加入1g冰醋酸、20g去离子水, 于50℃搅拌30min, 转速500rpm; 再加入50g去离子水, 于50℃搅拌30min, 转速500rpm; 继续加入120g水, 50℃搅拌30min, 转速500rpm; 最后加入4.5g乳酸, 即得所述柔软剂乳液。

**[0088]** 对本实施例得到的柔软剂进行测试, 涤纶酚黄变等级为5级, 棉酚黄变等级5级, 手感4.7分, 55℃60天稳定, 65℃30天稳定; 室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉, 耐1g/L染料, 耐30g/L粘合剂, 耐30g/L固色剂, 耐5g/L增白剂, 不分层不漂油。

**[0089] 实施例4**

**[0090]** 步骤1. 选用线性体、4-烯丙氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶和MM封头剂合成氨基硅油, 指标为含固量97%, 粘度为2500mPa·s, 胺值为0.45mmol/g。

**[0091]** 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、12g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=6)、8g异构十醇聚氧乙烯醚(n=15)、15g一缩二丙二醇加入搅拌器中, 于40℃水浴搅拌45min, 转速1000rpm; 随后加入1g磷酸、25g去离子水, 于40℃搅拌45min, 转速1000rpm; 再加入50g去离子水, 40℃搅拌45min, 转速1000rpm; 继续加入60g水, 40℃搅拌45min, 转速1000rpm; 最后加入2g水杨酸, 即得所述柔软剂乳液。

**[0092]** 对本实施例得到的柔软剂进行测试, 涤纶酚黄变等级为4.5级, 棉酚黄变等级5级, 手感4.3分, 55℃30天稳定, 65℃18天稳定; 室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉, 耐1g/L染料, 耐20g/L粘合剂, 耐10g/L固色剂, 耐2g/L增白剂, 不分层不漂油。

**[0093] 实施例5**

**[0094]** 步骤1. 选用线性体、4-烯丙氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶和MDM封头剂合成氨基硅油, 指标为含固量98%, 粘度为4000mPa·s, 胺值为0.35mmol/g。

**[0095]** 步骤2. 将50g步骤1中合成的氨基硅油、7g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=4)、13g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=12)、15g乙二醇加入搅拌器中, 于50℃水浴搅拌30min, 转速800rpm; 随后

加入1g丁酸、25g去离子水,于50℃搅拌30min,转速800rpm;再加入50g去离子水,50℃搅拌30min,转速800rpm;继续加入150g水,50℃搅拌30min,转速800rpm;最后加入2g磷酸,即得所述柔软剂乳液。

[0096] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为5级,棉酚黄变等级5级,手感4.2分,55℃ 40天稳定,65℃ 20天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐10g/L粘合剂,耐5g/L固色剂,耐1g/L增白剂,不分层不漂油。

[0097] 实施例6

[0098] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.040eq/100g)和聚醚胺ED900合成嵌段硅油,指标为含固量92%,粘度为6000mPa·s,胺值为0.25mmol/g。

[0099] 步骤2. 将27g步骤1中合成的嵌段硅油、4.5g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=6)、4.8g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=9)、6.4g乙二醇丁醚加入搅拌器中,于45℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入0.3g冰醋酸、25g去离子水,45℃搅拌30min,转速500rpm;再加入25g去离子水,45℃搅拌30min,转速500rpm;继续加入25g去离子水,45℃搅拌30min,转速500rpm;最后加入2g柠檬酸,即得所述柔软剂乳液。

[0100] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为5级,棉酚黄变等级为5级,手感4.3分,55℃ 50天稳定,65℃ 26天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐30g/L粘合剂,耐30g/L固色剂,耐5g/L增白剂,不分层不漂油。

[0101] 实施例7

[0102] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.018eq/100g)和聚醚胺ED1200合成嵌段硅油,指标为含固量94%,粘度为10000mPa·s,胺值为0.30mmol/g。

[0103] 步骤2. 将30g步骤1中合成的嵌段硅油、6g异构十醇聚氧乙烯醚(n=3)、8g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=12)、8g乙二醇丁醚加入搅拌器中,于55℃水浴搅拌45min,转速1000rpm;随后加入0.2g盐酸、20g去离子水,55℃搅拌45min,转速1000rpm;再加入30g去离子水,55℃搅拌45min,转速1000rpm;继续加入50g去离子水,55℃搅拌45min,转速1000rpm;最后加入3g抗坏血酸,即得所述柔软剂乳液。

[0104] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为4.5级,棉酚黄变等级为5级,手感4.7分,55℃ 60天稳定,65℃ 30天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐30g/L粘合剂,耐30g/L固色剂,耐5g/L增白剂,不分层不漂油。

[0105] 实施例8

[0106] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.030eq/100g)和聚醚胺ED2003合成嵌段硅油,指标为含固量86%,粘度为3000mPa·s,胺值为0.32mmol/g。

[0107] 步骤2. 将27g步骤1中合成的嵌段硅油、5g异构十醇聚氧乙烯醚(n=6)、4g异构十醇聚氧乙烯醚(n=9)、7g乙二醇丁醚加入搅拌器中,于40℃水浴搅拌30min,转速500rpm;随后加入0.3g冰醋酸、25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;再加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;继续加入25g去离子水,40℃搅拌30min,转速500rpm;最后加入3g苯甲酸,即得柔软剂乳液。

[0108] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为4.5级,棉酚黄变等级为5级,手感4.3分,55℃ 35天稳定,65℃ 20天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐20g/L粘合剂,耐10g/L固色剂,耐2g/L增白剂,不分层不漂油。

## [0109] 实施例9

[0110] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.015eq/100g)和聚醚胺ED2003合成嵌段硅油,指标为含固量85%,粘度为3000mPa·s,胺值为0.50mmol/g。

[0111] 步骤2. 将30g步骤1中合成的嵌段硅油、6g脂肪醇聚氧乙烯醚(n=3)、8g异构十三醇聚氧乙烯醚(n=15)、8g乙二醇加入搅拌器中,于50℃水浴搅拌60min,转速800rpm;随后加入0.2g丙酸、30g去离子水,50℃搅拌60min,转速800rpm;再加入30g去离子水,50℃搅拌60min,转速800rpm;继续加入50g去离子水,50℃搅拌60min,转速800rpm;最后加入3g草酸,即得所述柔软剂乳液。

[0112] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为4.5级,棉酚黄变等级为5级,手感4.2分,55℃ 40天稳定,65℃ 22天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐20g/L粘合剂,耐10g/L固色剂,耐2g/L增白剂,不分层不漂油。

## [0113] 实施例10

[0114] 步骤1. 选用环氧硅油(环氧值0.035eq/100g)和聚醚胺D400合成嵌段硅油,指标为含固量92%,粘度为15000mPa·s,胺值为0.40mmol/g。

[0115] 步骤2. 将30g步骤1中合成的嵌段硅油、8g异构十醇聚氧乙烯醚(n=6)、8g异构十醇聚氧乙烯醚(n=9)、8g丙二醇加入搅拌器中,于50℃水浴搅拌30min,转速1500rpm;随后加入0.2g磷酸、30g去离子水,50℃搅拌30min,转速1500rpm;再加入30g去离子水,50℃搅拌30min,转速1500rpm;继续加入50g去离子水,50℃搅拌30min,转速1500rpm;最后加入1g硫酸,即得所述柔软剂乳液。

[0116] 对本实施例得到的柔软剂进行测试,涤纶酚黄变等级为5级,棉酚黄变等级为5级,手感4.3分,55℃ 35天稳定,65℃ 20天稳定;室温耐15g/L纯碱、15g/L元明粉,耐1g/L染料,耐10g/L粘合剂,耐10g/L固色剂,耐2g/L增白剂,不分层不漂油。

[0117] 以实施例3所制柔软剂为例,提供所述柔软剂耐粘辊、耐粘合剂、耐增白剂、耐固色剂、55℃放置2个月以及室温放置18个月的照片,分别如图1、图2、图3、图4、图5和图6所示,稳定性测试结果如表1所示。

[0118] 表1

	测试方法	稳定性
	抗粘辊: 100g/L 柔软剂+15g/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> +15g/L Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +0.1g/L 染料, 50℃ 振荡 4h	不分层不漂油, 稳定
	耐粘合剂: 100g/L 柔软剂+30g/L 粘合剂 3211, 室温静置 24h	不分层不漂油, 稳定
[0119]	耐增白剂: 100g/L 柔软剂+5g/L 增白剂 APB-H, 室温静置 24h	不分层不漂油, 稳定
	耐固色剂: 100g/L 柔软剂+30g/L 固色剂 506S, 室温静置 24h	不分层不漂油, 稳定
	55℃ 放置 2 个月	不分层不漂油, 稳定
	室温放置 18 个月	不分层不漂油, 稳定

[0120] 本领域的技术人员容易理解,以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

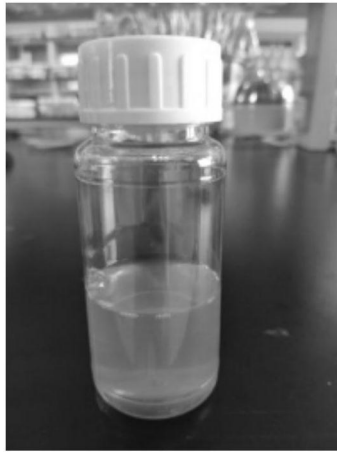


图1



图2



图3



图4



图5



图6