



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115613343 A

(43) 申请公布日 2023.01.17

(21) 申请号 202211337950.4

(22) 申请日 2022.10.28

(71) 申请人 杭州传化精细化工有限公司  
地址 310000 浙江省杭州市萧山区经济技术  
开发区桥南区块鸿达路125号

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 高宗春 方东林 于本成

(74) 专利代理机构 杭州君锐知产专利代理事务  
所(普通合伙) 33443

专利代理师 黄欢娣

(51) Int. Cl.

D06L 1/14 (2006.01)

G08F 293/00 (2006.01)

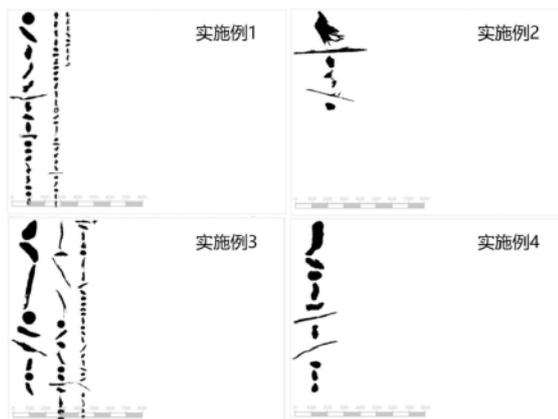
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

## (54) 发明名称

一种基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂及其制备方法

## (57) 摘要

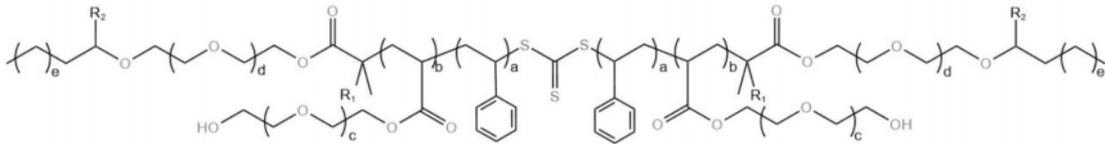
本发明公开了一种基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂及其制备方法。本发明的化纤浆料分散剂,其组成的质量份如下:对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物10-50,支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐5-15,烷基糖苷类化合物1-10。本发明的化纤浆料分散剂在能够热碱条件下快速分散纺织浆料,克服了纺织浆料容易聚集返沾的缺点,是退浆工作液持续运行时间从之前的一个星期延长至一个月以上,极大地减少退浆废水的排放。



1. 一种基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂,其特征在于,至少包括:

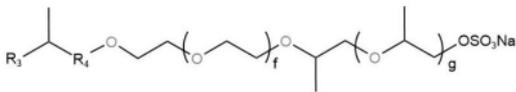
10-50重量份的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,5-15重量份的支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐,以及1-10重量份的烷基糖苷类化合物;

所述的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的结构通式为:



式中 $R_1$ 为饱和脂肪基或非饱和取代基, $R_2$ 为饱和脂肪基; $a$ 为5-8; $b$ 为10-15; $c$ 为6-10; $d$ 为2-4; $e$ 为6-10;

所述的支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐的结构通式为:



式中 $R_3$ 为饱和脂肪基; $R_4$ 为饱和或不饱和的脂肪基;聚合度 $f$ 为4-8,聚合度 $g$ 为1-4;且 $f+g \leq 10$ 。

2. 根据权利要求1所述的化纤浆料分散剂,其特征在于, $R_2$ 为乙基或正丙基。

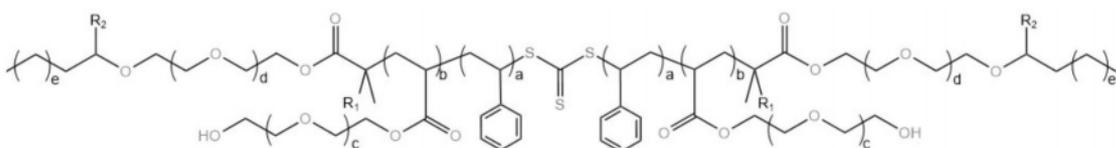
3. 根据权利要求1所述的化纤浆料分散剂,其特征在于,其所述的 $R_3$ 为2-4个碳原子的饱和和烷基链; $R_4$ 为7-10个碳原子的直链饱和或不饱和的脂肪基。

4. 根据权利要求1所述的化纤浆料分散剂,其特征在于,所述的烷基糖苷类化合物饱和脂肪基的碳链数为15~18。

5. 根据权利要求1所述的化纤浆料分散剂,其特征在于,所述对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐,烷基糖苷类化合物混合于水和有机溶剂的混合物中;所述的有机溶剂为乙二醇单甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇丁醚、二乙二醇甲醚、二乙二醇丙醚、三甘醇单丁醚、六甘醇单甲醚、六甘醇单丁醚中一种。

6. 如权利要求1所述化纤浆料分散剂的制备方法,其特征在于,在搅拌条件下,将对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物加入到支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐和烷基糖苷类化合物的混合溶液中,共组装后即得化纤浆料分散剂。

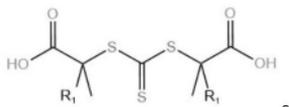
7. 用于获得权利要求1所述分散剂的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,具有如下结构通式:



式中 $R_1$ 为饱和脂肪基或非饱和取代基, $R_2$ 为饱和脂肪基; $a$ 为5-8; $b$ 为10-15; $c$ 为6-10; $d$ 为2-4; $e$ 为6-10。

8. 权利要求6所述的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的制备方法,其特征在于,该方法为:装有搅拌器和溶剂A的烧瓶中加入的链转移剂、引发剂以及丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体,在200-300r/min转速和室温下反应2-3小时;随后缓慢加入苯乙烯和溶剂B混合溶液,升温至70℃,在相同转速条件下反应1-2h后;加入封端剂仲醇聚氧乙烯醚,进行酯化反应;待反应结束后,移除溶剂,即得对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物;溶剂A为去离子水、四氢呋喃、乙腈、丙酮、乙醇、乙二醇和丙二醇中的一种、溶剂B为四氢呋喃、二氯甲烷和乙腈中的一种。

9. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,所用的链转移剂为双羧基三硫酯,其中 $R_1$ 为氢、甲基、乙基、丁基、氰基中的一种;结构通式如下图所示:



10. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,引发剂为偶氮二异丁咪唑啉盐酸盐、偶氮二异丁基脒盐酸盐、偶氮二氰基戊酸、偶氮二异丙基咪唑啉等水溶性偶氮引发剂中的一种。

11. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,引发剂与链转移剂用量的摩尔比为1:5;丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体和苯乙烯单体与链转移剂用量的摩尔比分别为(20-30):1和(10-16):1;封端剂仲醇聚氧乙烯醚与链转移剂用量的摩尔比为2:1。

## 一种基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种化纤浆料分散剂、该分散剂的制备方法以及该分散剂主成分对称型嵌段聚合物的合成,该分散剂尤其适用于化纤机织物连续退浆工艺,能够对各类化纤纺织浆料进行高效持久的分散,避免其因聚集而返沾至布面,造成染色时出现疵病现象。

### 背景技术

[0002] 涤纶/锦纶等化纤机织物在织造时,其经纱会受到连续的张力和摩擦力作用。为避免这些作用力造成纱线出现起毛断纱的现象,织造厂一般会在化纤织造前在经纱上包覆一层聚合物浆料(如聚酯、聚丙烯酸酯等),以提高纱线的耐磨性。但这些聚合物纺织浆料的存在,却会影响织物的手感,而且会对织物的后道的加工带来阻碍,因此化纤机织物在织造之后、印染加工之前,必须对织物进行浆料退浆处理。

[0003] 目前化纤机织物退浆的工艺有连续式退浆和间歇式退浆两种工艺。随着纺织工业取得快速发展,连续式机织物成套印染装备的自动化水平得到了不断的提高。现阶段工厂在实际生产过程中大多采用连续式退浆工艺,通过高碱和表面活性剂对织物进行持续的退浆处理。具体来说,先利用表面活性剂的润湿作用,使纺织浆料在热碱中充分润湿,并迅速发生溶胀作用和水解反应;再利用表面活性剂的润湿,分散、净洗作用,将浆料除去,实现退浆效果。其中,能够促进退浆工作的助剂一般称之为退浆剂,如专利CN102839532A、CN105603710B等公开了多种化纤退浆剂及其制备方法。

[0004] 值得注意的是,目前市面的退浆剂种类很多,但是它们性能比较单一,只重点关注织物的退浆性能,往往忽略了退浆之后对纺织浆料的分散性能,特别是对浆料持续分散能力。虽然部分专利通过引入分散剂使得退浆剂具有分散性能,如专利CN111535009A公开了一种多胺型高效退浆剂的制备方法,利用非离子型的聚氧乙烯链段以及多个能够质子化的胺基,在酸性条件下与聚丙烯酸酯类浆料形成离子键,使退下来的浆料稳定的分散于水。

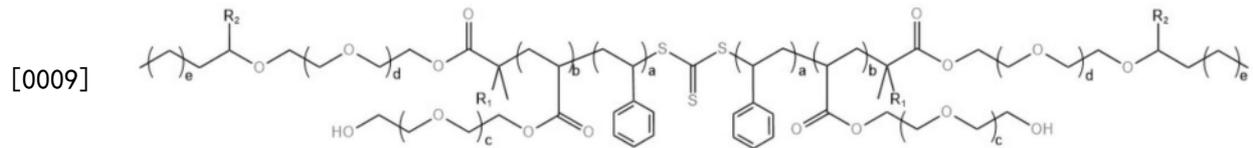
[0005] 但是需要指出的是,上述分散行为多发生在酸性条件下,这与现阶段工厂的高碱长车退浆主流工艺是相悖的。考虑到高浓度碱的盐析作用会导致浆料聚合物容易发生析出凝聚,并使其返沾至布面,造成染色疵病现象的发生。因此为了提高染色一次成功率,染厂通过缩短工作液运行时间至一个星期,以降低槽内浆料浓度来解决浆料聚集问题,然而如此高频地更换工作液势必将引起退浆废水量的增加。高温高碱条件下化纤浆料分散不仅是行业中的痛点,还是实际加工中的难点。这一方面体现在现有分散性助剂的耐碱性差,目前市场上分散剂主要有非离子表面活性剂、阴离子低分子聚丙烯酸类等,然而前者不耐高碱,在高温碱性条件下容易发生分解或者析出,后者则因为其离子属性,在碱的盐析作用下容易发生溶解度降低的现象。另一方面,由于化纤浆料的结构差异性大,浆料上亲水亲油结构组成复杂,单一性能的助剂难以对其进行有效分散。特别是聚酯类浆料,由于其组成中刚性结构占比较大,且亲水性基团水溶性差异教大,因此现有常规分散剂对其难以产生分散效果。

## 发明内容

[0006] 本发明的目的是在于针对现有退浆助剂在连续退浆过程对化纤浆料分散性能不足的缺点,提供了一种基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂,可作为在高碱连续退浆条件下实现快速并持久分散纺织浆料的助剂。

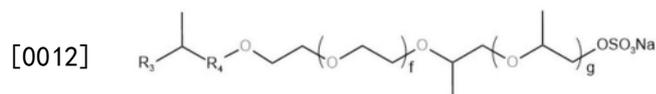
[0007] 本发明所述的基于对称型嵌段聚合物的化纤浆料分散剂,包括:对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐和烷基糖苷类化合物;

[0008] 其中,对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,结构通式为:



[0010] 式中 $R_1$ 为饱和脂肪基或非饱和取代基, $R_2$ 为饱和脂肪基;a为5-8;b为10-15;c为6-10;d为2-4;e为6-10;

[0011] 支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐的结构通式为:



[0013] 式中 $R_3$ 为饱和脂肪基; $R_4$ 为饱和或不饱和的脂肪基;聚合度f为4-8,聚合度g为1-4;且 $f+g \leq 10$ ;

[0014] 本发明中,对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物具有高度均一性,能够和支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐、强耐碱性的烷基糖苷类化合物以及化纤浆料共组装形成尺寸均匀的类囊泡体,在共组装体内部,由于烷基糖苷的直链与仲醇聚氧乙烯醚的支链共同组成的疏水部分在刚性的聚苯乙烯的支撑下,能够很好将碱液排斥在外,从而对疏水性酯基进行了有效保护。同时,由于类囊泡组装体的主体是多嵌段聚合物,因此在形成的类囊泡体表面存在着亲水微区和疏水微区,这使得组装体具有同时运载疏水组分和亲水组分的能力。正因如此,在碱性条件下分散剂能够在吸附不同亲疏水比例的化纤浆料分子后,仍能保持稳定的结构,实现长期分散的效果,使其至少在一个月以上的时间里避免了分散体发生奥氏熟化等聚并现象。

[0015] 同时对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物、支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐、烷基糖苷类化合物的协效,可以提高工作液的渗透性,确保碱液能够快速渗透溶胀并水解浆料,提高化纤浆料的溶解性。

[0016] 在本发明的某些实施例中, $R_2$ 为乙基或正丙基, $R_3$ 为2-4个碳原子的饱和烷基链; $R_4$ 为7-10个碳原子的直链饱和或不饱和的脂肪基,但不限于此。

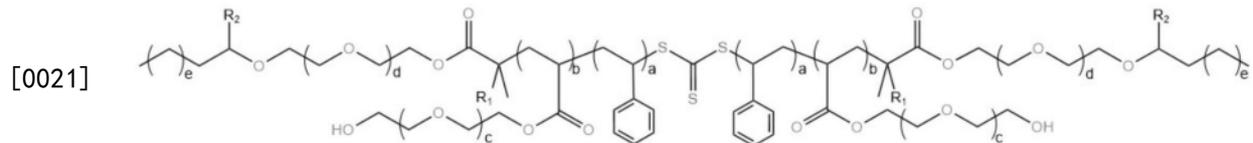
[0017] 在本发明的某些实施例中,所述的烷基糖苷类化合物饱和脂肪基的碳链数为15~18,烷基糖苷耐碱性好,通过与多嵌段共聚物共组装可以提高后者耐碱性。

[0018] 本发明的某些实施例中,所述对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物、支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐,烷基糖苷类化合物混合于水和有机溶剂的混合物中;所述的有机溶剂为乙二醇单甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇丁醚、二

乙二醇甲醚、二乙二醇丙醚、三甘醇单丁醚、六甘醇单甲醚、六甘醇单丁醚中一种。制备方法为：

[0019] 在搅拌条件下，将对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物加入到支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐和烷基糖苷类化合物的混合溶液中，共组装后即得化纤浆料分散剂。其中，采用的溶剂可以为：乙二醇单甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇丁醚、二乙二醇甲醚、二乙二醇丙醚、三甘醇单丁醚、六甘醇单甲醚、六甘醇单丁醚中一种。

[0020] 本发明还涉及上述用于获得上述分散剂的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物，具有如下结构通式：



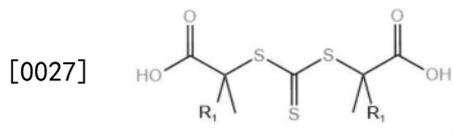
[0022] 式中 $R_1$ 为饱和脂肪基或非饱和取代基， $R_2$ 为饱和脂肪基；a为5-8；b为10-15；c为6-10；d为2-4；e为6-10。

[0023] 上述三段式结构，通过将亲水性的仲醇聚氧乙烯醚、丙烯酸聚氧乙烯醚酯和疏水性苯乙烯引入到分散体系中，前两者能够对聚丙烯酸酯型化纤浆料的疏水部分以及工作液中对油剂进行有效的乳化，防止浆料发生自聚集和共聚集；后者能够与聚丙烯酸类浆料和聚酯浆料中苯基形成 $\pi$ - $\pi$ 堆积作用，从而成功锚固化纤浆料。进一步通过聚合反应，生成高分子表面活性剂，利用其梳型亲水链段的空间位阻作用，达到进一步阻隔化纤浆料自聚集的作用，提高化纤浆料分散效果；同时聚合型表面活性剂还能克服不同小分子表面活性剂相容性差的缺点，协同发挥各组分的功能性。为了增加分散体系的稳定性，实现持久稳定分散效果。

[0024] 以及，上述对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的制备方法，该方法为：装有搅拌器和溶剂A的烧瓶中加入的链转移剂、引发剂以及丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体，在200-300r/min转速和室温下反应2-3小时；随后缓慢加入苯乙烯和溶剂B混合溶液，升温至70℃，在相同转速条件下反应1-2h后；加入封端剂仲醇聚氧乙烯醚，进行酯化反应；待反应结束后，移除溶剂，即得对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物；溶剂A为去离子水、四氢呋喃、乙腈、丙酮、乙醇、乙二醇和丙二醇中的一种、溶剂B为四氢呋喃、二氯甲烷和乙腈中的一种。本发明采取的可逆加成-断裂链转移(RAFT)的可控聚合方式对表面活性剂等单体进行共聚，得到高度均一性的嵌段共聚物，以确保其能够和其他助剂、化纤浆料共组装形成尺寸均匀的类囊泡体，至少在一个月以上的时间里避免了分散体发生奥氏熟化等聚并现象。

[0025] 值得注意的是，双羧基三硫酯型引发剂的引入，使聚合后分子形成了高度对称的双功能化结构。相比于单头的嵌段聚合物，高度对称的双功能化结构不仅充分利用了高成本引发剂的利用效率，最重要的是还能发挥协同效应，显著提高聚合物对化纤纺织浆料的分散效率和分散能力。

[0026] 在本发明的某些实施例中，所用的链转移剂为双羧基三硫酯，其中 $R_1$ 为氢、甲基、乙基、丁基、氰基中的一种；结构通式如下所示：



[0028] 在本发明的某些实施例中,引发剂为偶氮二异丁咪唑啉盐酸盐、偶氮二异丁基脒盐酸盐、偶氮二氰基戊酸、偶氮二异丙基咪唑啉等水溶性偶氮引发剂中的一种。

[0029] 在本发明的某些实施例中,引发剂与链转移剂用量的摩尔比为1:5;丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体和苯乙烯单体与链转移剂用量的摩尔比分别为(20-30):1和(10-16):1;封端剂仲醇聚氧乙烯醚与链转移剂用量的摩尔比为2:1。

[0030] 具体的,在本发明的某些实施例中,通过如下方法获得了本发明的分散剂:

[0031] 步骤①,在45-60℃下,向装有搅拌器的烧瓶中加入链转移剂、引发剂,以及丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体溶解到溶剂A中,在200-300r/min转速和室温下反应2-3小时;随后缓慢加入苯乙烯和溶剂B混合溶液,升温至70℃,在相同转速条件下反应1-2h后;加入封端剂聚氧乙烯醚,进行酯化反应;待反应结束后,移除溶剂,经甲醇洗涤后即得对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物;

[0032] 步骤②,将支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烷醚硫酸盐、烷基糖苷类化合物与水混合后,在40-50℃、200-300r/min转速的条件下搅拌均匀;

[0033] 步骤③,将对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的反应液溶解在有机溶剂中,并缓慢滴入步骤②溶液中,提高搅拌速度至500-800r/min,保证上述组分充分共组装;逐步加水稀释,即得化纤浆料分散剂。

[0034] 由于上述技术方案的运用,本发明至少具有如下优点之一:

[0035] (1) 针对传统退浆剂的不足,本发明使用了创新的配方。具体来说,传统的退浆助剂聚焦于纺织浆料的碱水解退浆过程,忽略了对纺织浆料的分散,造成染厂频繁更换退浆工作液,提高废水用量。而本发明所使用的含有高分子型表面活性剂的分散剂解决了现阶段染厂碱退浆工艺下的纺织浆料分散性问题,提高了退浆工作液的运行时间,极大降低染厂的废水量,未来在纺织印染行业具有广阔的应用前景。

[0036] (2) 现有技术中,传统退浆剂本身含有磷、氮化合物,因此相关的退浆污水对环境污染较大。本发明中的低碱纺织分散剂的配方中无磷、无氮、无毒和无公害,满足了市场对纺织助剂的环保要求。

## 附图说明

[0037] 图1实例1-4化纤浆料分散剂对纺织浆料的分散示意图。图中显示的是实例1-4得到的化纤浆料分散剂对浆料的分散时,体系中记录大尺寸浆料颗粒(直径>20.0μm,粒形系数球形度<0.75)的形状。从图1中可以看到含有不同结构对称型嵌段聚合物的化纤浆料能够显著提高化纤浆料的分散性,即大幅减少体系大颗粒聚集体尺寸。对比实施例1和实施例2、实例3和实施例4,对称型嵌段聚合物的含量越高,分散效果越好。

[0038] 图2实施例2得到的化纤浆料分散剂在不同浓度时对纺织浆料分散后体系的体积平均粒径(VMD)变化示意图。VMD越小,表示分散效果越好。

[0039] 图3对比例1-4得到的化纤浆料分散剂对纺织浆料的分散示意图。图3是对比1-4得到的化纤浆料分散剂对浆料的分散时,体系中记录大尺寸浆料颗粒(直径>20.0μm,粒形

系数球形度<0.75)的形状;从对比例1、对比例4和实施例2的图像中比较中可以看到,对称型嵌段聚合物存在的分散剂效果优于含有单边嵌段聚合物的分散剂,远好于不含嵌段聚合物的分散剂。从对比例3和实施例2的图像中比较中可以看到,如果缺少支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐和烷基糖苷类化合物,即使有嵌段聚合物存在,整个体系分散稳定性仍然比较差。

[0040] 图4是对比例2-3得到的化纤浆料分散体系示意图,左侧的照片明显出现分层情况,表明不同单体之间的相容性较差;右侧的照片显示体系较为浑浊,说明单独的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物在碱性条件下容易发生水解,不仅不能分散浆料,自身的分散性亦变差。

### 具体实施方式

[0041] 下面结合具体实施例作进一步说明,但本发明不限于下述实施例。

[0042] 实施例1-4

[0043] 本发明的化纤浆料分散剂原料配方按照表1进行配料,单位为质量百分比;具体制备方法为:

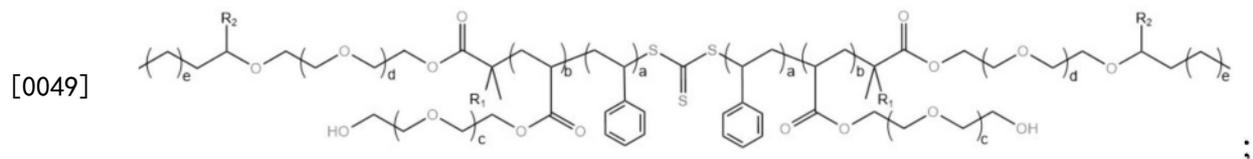
[0044] 步骤1,将支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐、烷基糖苷类化合物与水混合后,在40-50℃、200-300r/min转速的条件下搅拌均匀;

[0045] 步骤2,将对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的反应液溶解在有机溶剂中,并缓慢滴入步骤1溶液中,提高搅拌速度至500-800r/min,保证上述组分充分共组装;逐步加水稀释,即得化纤浆料分散剂。

[0046] 以下实施例中,有机溶剂为:乙二醇单甲醚(实施例1)、乙二醇丁醚(实施例2)、二乙二醇甲醚(实施例3)、二乙二醇丙醚(实施例4);上述溶剂都仅仅用于溶解,不参与实际反应,本领域技术人员应当知晓,任何可实现本发明对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物溶解的溶剂都适用于本发明。

[0047] 其中,步骤1中的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物如表1所示,通过表1的结构式,可以确定链转移剂、引发剂、丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体、苯乙烯、封端剂聚氧乙烯醚的量,然后按照下述方式进行反应得到:

[0048] 在45-60℃下,向装有搅拌器的烧瓶中加入链转移剂、引发剂,以及丙烯酸聚氧乙烯醚酯单体溶解到溶剂A中,在200-300r/min转速和室温下反应2-3小时;随后缓慢加入苯乙烯和溶剂B混合溶液,升温至70℃,在相同转速条件下反应1-2h后;加入封端剂聚氧乙烯醚,进行酯化反应;待反应结束后,移除溶剂,经甲醇洗涤后即得对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物,经测定分析,其结构式为:



[0050] 本发明的实施例中,溶剂A为去离子水(实施例1)、四氢呋喃(实施例2)、丙酮(实施例3)、乙醇(实施例4);溶剂B为四氢呋喃(实施例1、2)、二氯甲烷(实施例3)、乙腈(实施例4)。上述溶剂A、B都仅仅用于溶解,不参与实际反应,本领域技术人员应当知晓,任何可实

现本发明各项单体溶解的溶剂都适用于本发明。

[0051] 实施例配方制得的化纤浆料分散剂的纺织浆料分散效果数据见图1-2。其中,纺织浆料分散效果的测试评价方法如下:

[0052] (1) 将表1中所述的原料制得的化纤浆料分散剂2.5g/L,30%液碱 100g/L配制成工作液;然后以5℃/分钟的升温速率将工作液升温至 90-95℃,并保持温度;

[0053] (2) 将纺织浆料以20.0g/L的浓度加入到工作液中,保温1小时;随后通过动态图像分析仪对工作液的进行测试,通过统计体系中大尺寸聚集颗粒数目以及体积平均粒径大小评价纺织浆料在碱性条件下的分散效果;其中大尺寸聚集颗粒数目越少或体积平均粒径大小越小表示体系分散性越好。

[0054] (3) 依着上述步骤条件,改变化纤浆料分散剂的浓度为0g/L、0.5g/L、1.5g/L、3.5g/L和5.0g/L,观察纺织浆料的在热碱溶液中的分散性能。

[0055] 表1:实施例原料配方

| 实施例<br>组分名称                            |   | 实施<br>例 1 | 实施<br>例 2 | 实施<br>例 3 | 实施<br>例 4 |
|--|---|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 对称型仲醇聚氧乙烯醚-<br>丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯<br>乙烯多嵌段共聚物 | a=5; b=15; c=6; d=4; e=6;<br>R <sub>1</sub> =甲基; R <sub>2</sub> =乙基   | 10%       | 50%       | -         | -         |
|  | a=8; b=10; c=10; d=2; e=10;<br>R <sub>1</sub> =甲基; R <sub>2</sub> =丙基 |           | -         | 20%       | 40%       |
| 支链型脂肪醇聚氧乙烯<br>醚聚氧丙烯醚硫酸盐                | R <sub>3</sub> =丁基; R <sub>4</sub> =癸基; f=4; g=4                      | -         | -         | 10%       | 8%        |
|  | R <sub>3</sub> =乙基; R <sub>4</sub> =己基; f=8; g=1                      | 15%       | 5%        | -         |           |
| 烷基糖苷类化合物                               | 碳链数=15  | 10%       | 1%        |           |           |
|  | 碳链数=18  |           |           | 5%        | 8%        |
| 二乙二醇丙醚                                 |   | 4%        | 4%        | 4%        | 4%        |
| 水                                      |   | 61%       | 40%       | 61%       | 40%       |

[0056] 对比例1-3

[0058] 对比例原料配方按照表2进行配料,单位为质量百分比。制备方法同实施例1-4,对比配方制得的助剂对纺织浆料分散效果数据见图3。其中,纺织浆料分散效果的测试评价方法如下:

[0059] (1) 将表2中所述的原料制得的助剂2.5g/L,30%液碱100g/L配制成工作液;然后以5℃/分钟的升温速率将工作液升温至90-95℃,并保持温度;

[0060] (2) 将纺织浆料以20.0g/L的浓度加入到工作液中,保温1小时;随后通过动态图像分析仪对工作液的进行测试,通过统计体系中大尺寸聚集颗粒数目以及体积平均粒径大小评价纺织浆料在碱性条件下的分散效果;

[0061] 表2:实施例原料配方

| 对比例    |                                 | 对比例 1  | 对比例 2 | 对比例 3 | 对比例 4 |
|--------|---------------------------------|--|-------|-------|-------|
| [0062] | 组分名称                            |  |       |       |       |
|        | 对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物  | a=5; b=15; c=6; d=4; e=6; R <sub>1</sub> =甲基; R <sub>2</sub> =乙基 | -     | 50%   | -     |
|        | 非对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物 | a=5; b=15; c=6; d=4; e=6; R <sub>1</sub> =甲基; R <sub>2</sub> =乙基 | 50%   | -     | -     |
|        | 聚氧乙烯醚、丙烯酸聚氧乙烯醚酯、苯乙烯三种单体混合物      | 三种单体混合摩尔比为 10:30:2   | -     | 50%   | -     |
| [0063] | 支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐             | R <sub>3</sub> =乙基; R <sub>4</sub> =癸基; f=8; g=1                 | 5%    | 5%    | -     |
|        | 烷基糖苷类化合物                        | 碳链数=15   | 1%    | -     | 1%    |
|        | 乙二醇丙醚                           |  | 4%    | 4%    | 4%    |
|        | 水                               |  | 40%   | 44%   | 80%   |

[0064] 表3不同分散剂分散体系中大尺寸聚集颗粒数目统计

|        |         |     |     |     |     |
|--------|---------|-----|-----|-----|-----|
| [0065] | 实施例组别   | 1   | 2   | 3   | 4   |
|        | 大尺寸颗粒数目 | 56  | 6   | 53  | 10  |
|        | 对比例组别   | 1   | 2   | 3   | 4   |
|        | 大尺寸颗粒数目 | 237 | 753 | 902 | 649 |

[0066] 通过对比实施例1~4和对比例3和4,可知,单独的对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物在碱性条件下容易发生水解,不仅不能分散浆料,自身的分散性亦变差(图4b)。对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物、支链型脂肪醇聚氧乙烯醚聚氧丙烯醚硫酸盐、烷基糖苷类化合物三者相辅相成,协同作业,显著提高了浆料的分散性,大尺寸颗粒数量降低10倍以上。

[0067] 通过对比实施例1~4和对比例2,可知:形成对称型仲醇聚氧乙烯醚-丙烯酸聚氧乙烯醚酯-苯乙烯多嵌段共聚物的单体,尽管亲水性的仲醇聚氧乙烯醚、丙烯酸聚氧乙烯醚酯能够对聚丙烯酸酯型化纤浆料的疏水部分以及工作液中对油剂进行有效的乳化,防止浆料发生自聚集和共聚集;疏水性苯乙烯能够与聚丙烯酸类浆料和聚酯浆料中苯基形成 $\pi$ - $\pi$ 堆积作用,从而成功锚固化纤浆料。但是不同单体之间的相容性较差(图4a),如果脱离了本发明的聚合反应,仍旧无法提高化纤浆料分散效果,大尺寸颗粒数量基于不加上述三种单体没有区别。反过来也说明:本发明通过聚合反应,生成高分子表面活性剂,使得上述三种单体的作用得以充分发挥,且利用其梳型亲水链段的空间位阻作用,达到进一步阻隔化纤浆料自聚集的作用,提高化纤浆料分散效果。

[0068] 进一步地,通过对比1~4和对比例1,可知,双羧基三硫酯型引发剂的引入,使聚合后分子形成了高度对称的双功能化结构。相比于单头的嵌段聚合物(对比例1的非对称结构),高度对称的双功能化结构不仅充分利用了高成本引发剂的利用效率,最重要的是还能发挥协同效应,显著提高聚合物对化纤纺织浆料的分散效率和分散能力。

[0069] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人

员,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干改变、改进和润饰,这些改变、改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

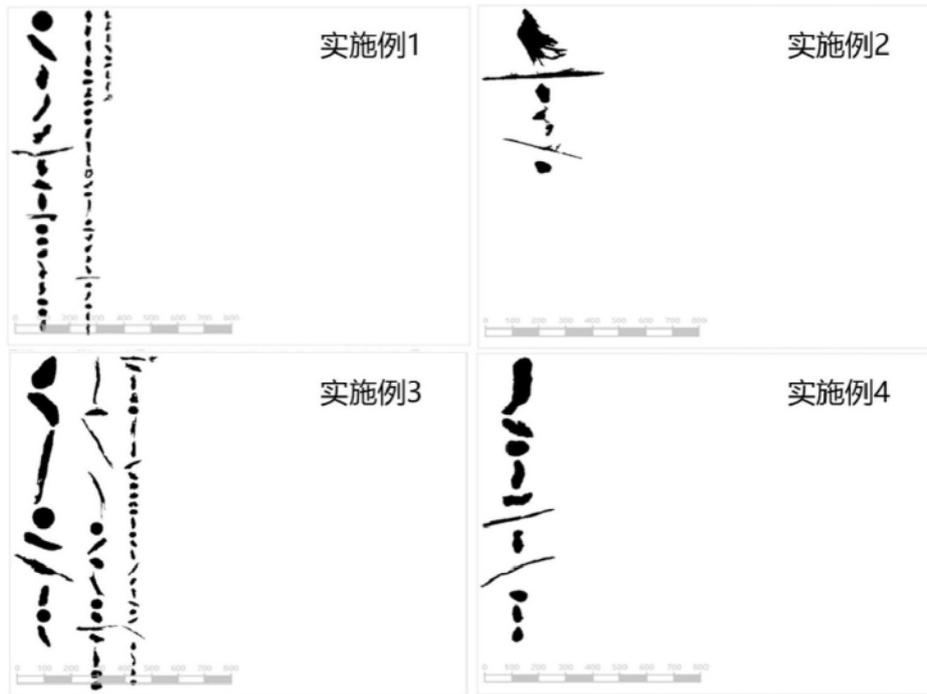


图1

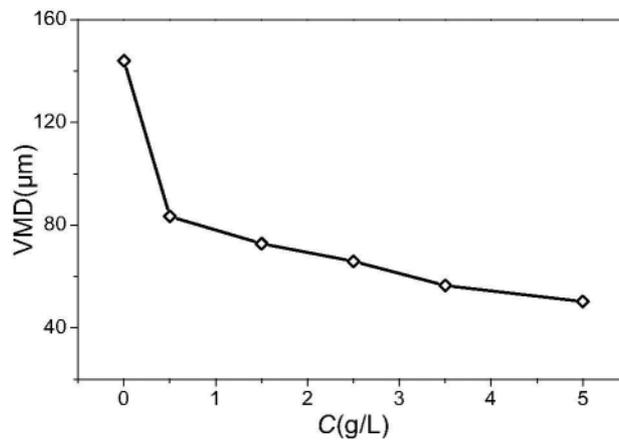


图2

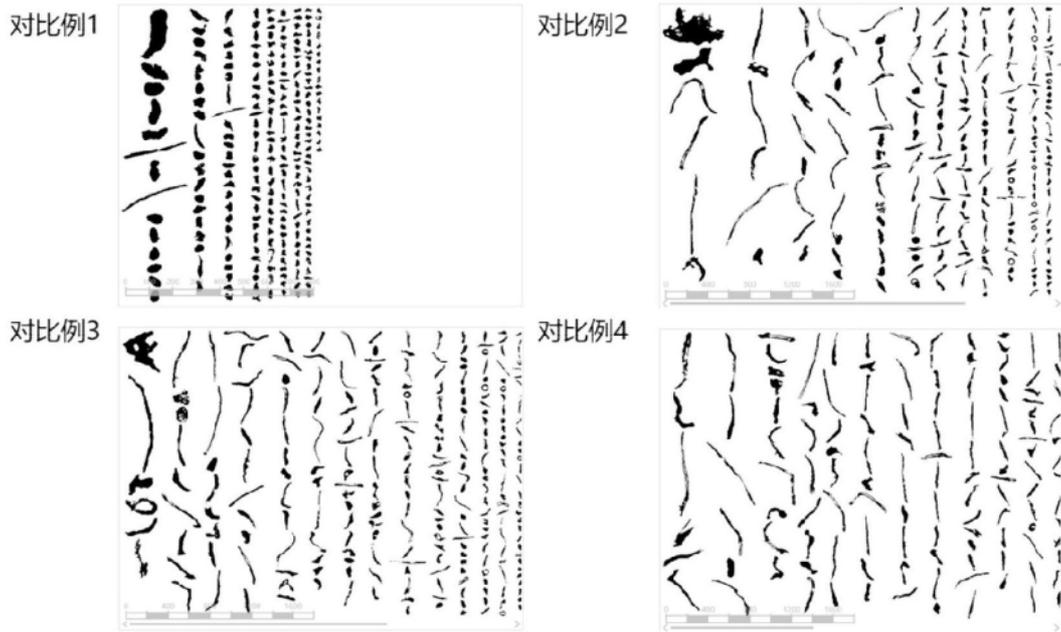


图3



图4