

# 有机硅柔软整理对羊毛织物燃烧性能的影响

薛日杰, 王树根\*

(江南大学 生态纺织教育部重点实验室, 江苏 无锡 214122)

**摘要:**采用有机硅柔软剂对羊毛织物进行柔软整理,研究其燃烧性能的变化。通过自动氧指数仪、扫描电镜、红外光谱仪、热重分析等测试方法对柔软整理后羊毛的表面形貌、元素组成、燃烧性能及热裂解行为进行表征和测试。结果表明,经过柔软整理后的羊毛织物极限氧指数下降了近7%,羊毛由难燃纤维变为易燃纤维,燃烧后残渣量显著减少。有机硅柔软剂使羊毛表面碳链增多,裂解温度下降,羊毛燃烧更加完全。

**关键词:**羊毛;柔软整理;燃烧性能;残炭

**中图分类号:**TS 195.5   **文献标志码:**A   **文章编号:**2096-1928(2016)03-0253-04

## Effect of Silicone Softening Finishing on the Combustion Performance of Wool Fabric

XUE Rijie, WANG Shugen\*

(Key Laboratory of Eco-Textiles, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**Abstract:** The combustion performances of wool fabrics after softening finishing by silicone softener were investigated. The combustion performance, surface morphology, element composition, and thermal degradation, of finished wool fabrics were characterized and analyzed by auto oxygen index, scanning electron microscopy (SEM), infrared spectrometer (FT-IR) and thermogravimetric analysis (TG), respectively. The results showed that the limiting oxygen index (LOI) of the finished wool fabrics decreased about 7% compared with original ones, and the wool turned out to be ignitable fibers after softening finishing. The residual of wool was significantly reduced after burning. The carbon chains on the surface of wool were increased after the treatment. The pyrolysis temperature of treated wool fabric was decreased, which made the wool burned completely.

**Key words:** wool, softening finishing, combustion performance, carbon residue

羊毛作为一种重要蛋白质纤维,具有较好的弹性和吸湿性,已广泛应用于各种服装面料。为了提高产品的柔软滑糯性,增强产品的市场竞争力<sup>[1]</sup>,在生产过程中经常会对羊毛织物进行柔软整理<sup>[2]</sup>。目前,市场上使用最为广泛的整理剂为有机硅类柔软整理剂<sup>[3]</sup>,该类柔软剂的特点是含有大量的硅氧烷长链(—Si—O—Si—)<sup>[4]</sup>、烷基、芳基、链烯基、碳官能基、聚醚链等侧链基团,所以,在提高羊毛织物柔软性的同时,往往容易忽视其他性能的改变,尤

其是其燃烧性能的改变。羊毛属于难燃纤维<sup>[5]</sup>,而经过有机硅柔软剂整理后,其阻燃性能大大降低,变为易燃纤维<sup>[6]</sup>。因此,对有机硅柔软整理剂整理后的羊毛进行燃烧性能的研究非常有必要。

文中采用亲水嵌段硅油乳液 QS-218 对羊毛织物进行柔软整理,通过多种测试方法研究整理后羊毛极限氧指数、元素组成、热处理时以及燃烧残渣形态的变化,并分析整理剂降低羊毛阻燃性能的原因。

收稿日期:2016-05-12; 修订日期:2016-06-02。

基金项目:江苏省政策引导类计划项目(BY2015019-12)。

作者简介:薛日杰(1991—),男,硕士研究生。

\*通信作者:王树根(1962—),男,教授,硕士生导师。主要研究方向为纺织品印染理论与技术、新型纺织化学品。

Email:wangshugen@163.com

# 1 材料与方法

## 1.1 材料和仪器

1.1.1 材料 QS-218 型亲水嵌段硅油乳液, 江阴锦昌化学工业有限公司生产; 羊毛面料, 常州第三毛纺厂生产。

1.1.2 仪器 DF-101SZ 型磁力搅拌器, 巩义科瑞仪器有限公司制造; DHG-9040A 型电热恒温鼓风干燥箱, 杭州蓝天化验仪器厂制造; 轧车, 瑞比染色试机有限公司制造; R-3 型定型烘干机, 瑞比染色试机有限公司制造; LFY-605 型自动氧指数测定仪, 山东省纺织科学研究院制造; Nicolet 型傅里叶变换红外光谱仪, 美国赛默飞世尔公司制造; Sn1510 型扫描电子显微镜, 日本日立公司制造; YG815 型垂直法阻燃性能测试仪, 山东安丘江北纺织仪器有限公司制造; TA Q-500 型热重分析仪, 美国 TA 公司制造。

## 1.2 实验方法

1.2.1 羊毛面料预处理 将纯羊毛面料用去离子水煮沸 1 h 后, 再用蒸馏水冲洗 3 次, 取出置于烘箱 (60 ℃) 中烘干, 备用。

1.2.2 柔软整理 配制浓度为 30 g/L 的 QS-218 型亲水嵌段硅油水溶液, 两浸两轧, 轧余率 80%, 烘箱 60 ℃ 预烘 30 min, 再升温至 130 ℃ 焙烘 120 s。

1.2.3 氧指数测定 采用自动氧指数测定仪按 GB/T 5454—1997 测定织物的极限氧指数。

1.2.4 垂直燃烧实验 采用垂直法阻燃性能测试仪按 GB/T 5455—1997 测试织物的垂直燃烧性能。

1.2.5 红外光谱分析 采用傅里叶变换红外光谱仪对样品结构进行分析, 扫描范围 400 ~ 4 000  $\text{cm}^{-1}$ 。

1.2.6 热重分析 采用热重分析仪测试样品质量随温度变化而变化的过程, 并获得物质在一定温度范围内的质量损失曲线。测试条件: 氮气氛围, 氮气流量: 40 mL/min, 升温速度: 10 ℃/min, 温度范围: 30 ~ 900 ℃。

1.2.7 扫描电镜分析 采用扫描电子显微镜对样品和样品残炭进行形态分析。

# 2 结果与讨论

## 2.1 羊毛面料柔软整理前后燃烧性能变化

将柔软整理前后的羊毛面料分别通过自动氧指数仪和垂直燃烧性能测试仪测试极限氧指数 (LOI) 和垂直燃烧损毁长度, 具体结果见表 1。

表 1 羊毛面料柔软整理前后的燃烧性能  
Tab. 1 Combustion performance of wool fabric before and after softening finishing

样 品	LOI/%	损毁长度/cm
羊毛面料原样	27.4	26.7
柔软整理后羊毛面料	25.6	32.3

由表 1 可以看出, 经过柔软整理后的羊毛面料 LOI 值为 25.6%, 与原样相比下降了近 7%, 柔软整理后的羊毛面料的燃烧性能下降, 从原来的难燃纤维降为易燃纤维。垂直燃烧试验中羊毛的损毁长度上也证明了这一点。

## 2.2 羊毛面料柔软整理元素组成的变化

分别对羊毛面料原样和柔软处理的羊毛面料进行红外光谱分析, 通过光谱曲线的变化观察元素组成, 结果如图 1 所示。

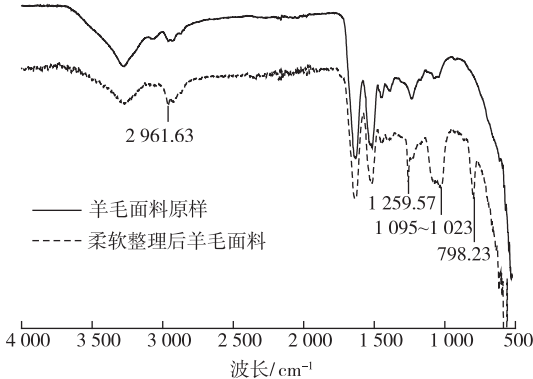


图 1 柔软整理前后羊毛的红外光谱  
Fig. 1 FI-IR curves of wool before and after softening finishing

由图 1 可以看出, 在 2 961.63  $\text{cm}^{-1}$  和 1 095 ~ 1 023  $\text{cm}^{-1}$  处, 经过柔软整理的羊毛面料—CH<sub>3</sub> 的反对称伸缩振动峰和 Si—O, C—O 键的弯曲振动吸收峰明显增强; 在 1 259.57  $\text{cm}^{-1}$  和 798.23  $\text{cm}^{-1}$  处, 柔软整理过的羊毛面料出现了 Si—CH<sub>3</sub> 对称变形振动峰和 Si—C 伸缩振动吸收峰<sup>[7]</sup>。说明经过柔软剂处理过的羊毛面料—CH<sub>3</sub> 和 Si—C 基团的含量增多, 而且以链状的形式存在, 从而增加了面料的燃烧性能。

## 2.3 柔软整理羊毛面料裂解温度变化

分别对羊毛面料原样和柔软处理的羊毛面料进行热重分析, 通过失重速率的变化状况分析羊毛面料柔软整理前后裂解温度的变化, 结果如图 2 所示。

图 2 分别为羊毛面料原样和柔软整理羊毛面料在氮气介质中 30 ~ 900 ℃ 温度范围的 TGA 曲线与其导数曲线, 根据 TGA 曲线可以将样品的热裂解过程分为 3 个阶段<sup>[8]</sup>: 第 1 阶段为羊毛的脱水阶段

(130 ℃ 以下),脱去羊毛中的束缚水和吸附水;第 2 阶段主要是羊毛的热裂解阶段(130 ~ 550 ℃),这个过程发生了一系列的纯粹化学反应,螺旋结构的肽链间相连接的氢键断裂,双六桥键断裂,释放出 SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> 等挥发性气体,羊毛纤维的部分结构发生了由固态向熔融态转变的过程,这一阶段羊毛失重较高(65% 左右);第 3 阶段是炭的氧化过程(550 ℃ 以上),这一阶段失重变化较少。

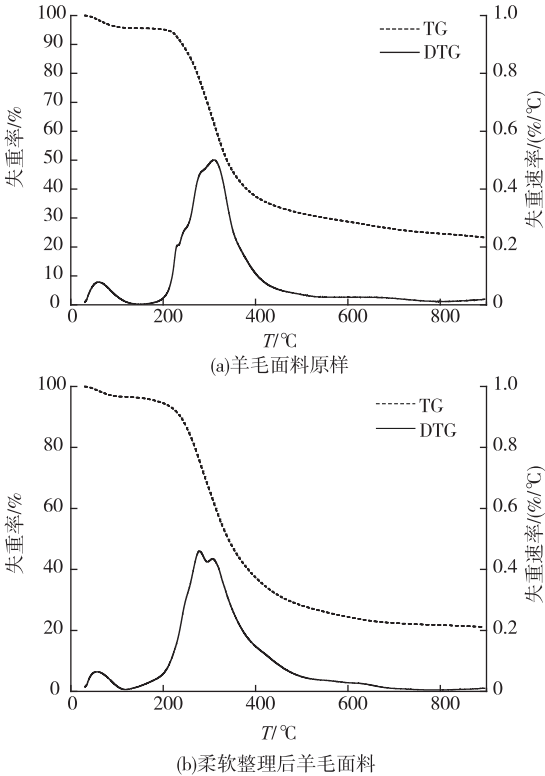


图 2 羊毛面料柔软整理前后 TGA 曲线  
Fig. 2 TGA curves of wool before and after soft finishing

对比图 2(a) 和图 2(b) 可以看出,经过柔软整理的羊毛面料在热裂解的第 2 阶段出现了两个峰,而羊毛面料原样只有一个峰。由此可以说明在这个阶段,经过柔软整理的羊毛经过两次剧烈的裂解(278, 309 ℃),而羊毛原样只发生了一次剧烈裂解(311 ℃)。这是由于柔软剂可以在较低的温度下发生裂解并放出热量,从而提高了羊毛表面的温度,加快了羊毛裂解反应速度,使表面羊毛的裂解温度降低,从而促进了羊毛的裂解,使部分面料提前裂解。

2.4 柔软整理羊毛面料燃烧残渣形态变化

分别对羊毛面料原样及柔软整理羊毛面料燃烧后的形态拍照,从宏观上观察羊毛面料燃烧过程中以及燃烧后所剩残炭的形态,以此分析柔软整理前后羊毛面料燃烧过程及残炭的变化,结果如图 3

所示。



图 3 柔软整理前后羊毛面料残炭形态  
Fig. 3 Morphology of carbon residue of wool fabric before and after softening finishing

由图 3 可以看出,柔软整理前后的羊毛面料试样在燃烧后所表现的形态是不一样的。羊毛面料原样(图 3(a)),起始接触火焰时先发生蜷缩而后变为熔融状态,当蜷缩到一定程度时便不再继续,而是有略微的膨胀,形成了较薄的泡沫状。一方面阻止了空气的进一步加入,阻止了可燃气体的扩散,从而阻断了燃烧的进行;另一方面阻挡热传导和热辐射,减少反馈给羊毛的热量,能够从一定程度上保护织物的炭化,所以残炭较多、较完整。而经过柔软整理的羊毛面料(图 3(b)),接触火焰后能够迅速产生火焰,炭化较为剧烈,而且产生了较多的烟雾,在表面有机硅柔软剂的引燃作用下持续燃烧,燃烧过程较为完整,残炭量少且紧密僵硬。羊毛面料原样的最终剩炭率为 23.2%,而经过柔软整理的羊毛最终的剩炭为 21.2%。由此进一步证明了柔软剂的加入,可使羊毛面料的阻燃性能降低,剩炭稳定性下降。



分别对羊毛面料原样及柔软整理羊毛面料燃烧后的残渣做扫描电镜观察,从微观上对比柔软前后对羊毛面料燃烧性能的变化,结果如图 4 所示。

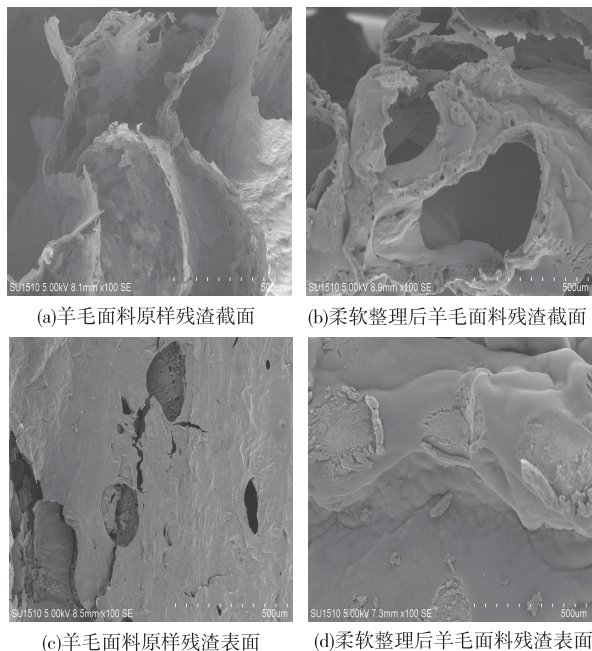


图 4 羊毛面料燃烧残渣扫描电镜

Fig. 4 SEM images of combustion residue of wool fabric

由图 4 可以看出,羊毛面料原样残渣截面(图 4(a))较柔软整理后羊毛面料残渣截面(图 4(b))薄,并且稀松膨胀,经过柔软整理的羊毛面料燃烧后表现为蜷缩状,较紧密;羊毛原样残渣表面(图 4(c))与柔软整理羊毛残渣表面(图 4(d))相比有较多的气孔。这是由于羊毛面料需要不断吸收外界空气才能持续燃烧,而柔软整理后的面料表面含有起引燃作用的柔软剂,可以在较低的温度下使羊毛发生裂解而不需要太多的空气,从残渣图像上表现为紧密平整、残渣少,说明燃烧更为完全、彻底。

### 3 结 语

羊毛面料经过有机硅柔软整理剂整理后,由难燃纤维变为易燃纤维,显著降低了织物的阻燃性能。有机硅柔软剂使羊毛面料表面碳氢含量增多,羊毛面料表面裂解温度降低,燃烧后残炭量更少,燃烧更加完全和彻底。

### 参考文献:

- [1] 黄良仙,安秋风,杨百勤,等.羊毛织物整理用有机硅平滑剂的制备及应用[J].印染助剂,2007,24(10):20-23.  
HUANG Liangxian, AN Qiufeng, YANG Baiqin, et al. Preparation and application of silicone smoothening agent for wool finishing[J]. Textile Auxiliaries, 2007, 24(10): 20-23. (in Chinese)
- [2] 张红,肖稳发.新型改性有机硅柔软剂的合成及应用性能[J].纺织学报,2006,27(10):63-66.  
ZHANG Hong, XIAO Wenfa. Synthesis and application of modified organosilicon softener[J]. Journal of Textile Research, 2006, 27(10): 63-66. (in Chinese)
- [3] 朱沛沛,郝欢,彭青,等.改性有机硅柔软剂的研究进展[J].国际纺织导报,2013,41(4):46-50.  
ZHU Peipei, HAO Huan, PENG Qing, et al. Research progress on modified silicone softeners[J]. Melland China, 2013, 41(4): 46-50. (in Chinese)
- [4] LIU H J, LIN L H, CHEN K M. Synthesis and surface activity of polyethylene glycolmaleic anhydride polydimethyl siloxane polyester surfactants[J]. Colloids and Surfaces, A: Physicochemical Engineering Aspects, 2003, 215(1): 213-219.
- [5] 关晋平,陈国强.羊毛织物阻燃整理技术[J].毛纺科技,2004,32(2):18-21.  
GUAN Jinping, CHEN Guoqiang. Technology of flame-resistance finishing on wool fabric[J]. Wool Textile Journal, 2004, 32(2): 18-21. (in Chinese)
- [6] 阎克路.染整工艺与原理:上册[M].北京:中国纺织出版社,2009:281-282.
- [7] 邵建中,刘今强,刘今欢.过一硫酸盐羊毛表面改性的红外光谱研究[J].纺织学报,2001,22(5):285-288.  
SHAO Jianzhong, LIU Jinqiang, LIU Jinhuan. FTIR spectroscopic study of the wool surface modification in permonosulphate/sulphite process[J]. Journal of Textile Research, 2001, 22(5): 285-288. (in Chinese)
- [8] 王树根,孙艳辉,王强,等.酶预处理对阻燃整理羊毛织物性能的影响[J].纺织学报,2011,32(7):94-98.  
WANG Shugen, SUN Yanhui, WANG Qiang, et al. Effect of enzymatic pretreatment on flame-retardant finishing of wool fabric[J]. Journal of Textile Research, 2011, 32(7): 94-98. (in Chinese)

(责任编辑:邢宝妹)