

碱处理开纤工艺对海岛型超细纤维革材料性能的影响

黄毅¹, 韩建¹, 于斌¹, 朱斐超¹, 李小强²

(1. 浙江理工大学, a. 浙江省产业用纺织材料制备技术重点实验室; b. 材料与纺织学院, 杭州 310018;

2. 浙江梅盛实业有限公司, 浙江 绍兴 312025)

摘要: 采用三因素三水平正交试验方法研究碱减量工艺中 NaOH 溶液浓度、处理时间和处理温度对海岛型超纤革失重率、撕裂强度和压缩弹性的影响,并对材料开纤前后的结构形貌变化进行观察,分析开纤工艺对其性能的影响。结果表明,碱液浓度对于超纤革开纤程度和性能影响最为显著,材料的撕裂强度随着开纤程度的提高呈上升趋势,压缩弹性则呈下降趋势。通过扫描电镜和压缩曲线进一步分析,可知开纤后超细纤维束内的单根超细纤维间的抱合和摩擦力的改变是造成以上变化的主要原因。在工艺参数为 30 g/L, 85℃, 10 min 条件下,可得综合性能和风格较为优异的超纤革材料。

关键词: 海岛型超纤革; 碱减量工艺; 失重率; 撕裂强度; 压缩弹性

中图分类号: TS195.644 **文献标志码:** A

0 引言

海岛型超纤革材料具有天然皮革的优良性能,是现今皮革工业一种新型的高品质产品。开纤是海岛型超纤革加工中非常重要的工序,而以定岛海岛型超细纤维革材料常采用碱处理开纤法^[1-3],只有经过开纤才能显现出超细纤维革优良的性能。

金敬业等^[4]研究了水溶性聚酯/聚酰胺海岛复合纤维的聚氨酯革基布碱减量开纤工艺,发现随着碱液质量浓度、时间、温度、渗透剂质量浓度、浴比的增加,均能促进革基布的开纤,且前三者影响较大。修俊峰等^[5]将 PPS 机织物为基布的 PPS/PET 海岛型复合纤维针刺毡作为研究对象,采用碱处理的方法,以碱处理后失重率来衡量开纤水平,认为 NaOH 浓度、时间、温度和促进剂浓度的改变均能影响针刺毡的开纤程度,但后三者影响较为显著。陈佳孝等^[6]研究了开纤前后超纤革基布性能的变化,发现基布的力学性能随着开纤程度的提高而下降。

虽然对于超纤革碱减量开纤工艺的研究^[7-9]已较

充分,但是大多仅以开纤率作为考量的标准,对于开纤工艺带给超纤革材料综合性能中的一些关键指标如撕裂性能、压缩弹性等的影响,并没有做深入的研究。本文以失重率、撕裂强度和压缩弹性为评价指标,以 NaOH 浓度、处理温度和时间作为变量,研究海岛型超纤革的碱减量开纤工艺,观察材料开纤前后的结构形貌变化,并对开纤后的超纤革材料性能进行了表征和分析。

1 实验部分

1.1 主要材料、药品及仪器

1.1.1 材料

37 岛海岛型超细纤维革(PA6 : COPET=70 : 30, PU 含浸后),面密度 904.5 g/m²。

1.1.2 药品

NaOH(分析纯 AR),天津市永大化学试剂有限公司。

1.1.3 仪器

XMTD-8222 水浴锅(上海精宏实验设备有限公司);DHJ-9146A 电热恒温干燥箱(上海精宏实验设备有限公司);JA1003N 电子天平(上海菁华科技

收稿日期: 2014-10-11

基金项目: 国家国际科技合作项目(2011DFB51570)

作者简介: 黄毅(1989-),湖北襄阳人,硕士研究生,主要从事产业用纺织品方面的研究。

通信作者: 韩建, E-mail: hanjian8@zstu.edu.cn

仪器有限公司), Instron-3369 电子万能材料试验机(英斯特朗(上海)试验设备贸易有限公司); KES 拉伸剪切测试仪(日本加多技术有限公司)。

1.2 实验方法

将样品水洗后置于烘箱,在 80℃ 下烘至恒重。根据试验水平,剪取试样并编号,碱减量实验完成后,将样条水洗烘至恒重。

1.3 测试方法

1.3.1 失重率的测试

碱减量处理中,海岛型超细纤维的 PA6 成分不与强碱反应,而 PU 组分在反应及洗涤过程中有微量的部分脱离,可假设反应前后质量变化的部分仅为与 NaOH 反应的 COPET。若设样条处理前质量为 G_0 ,处理后质量为 G_1 ,则失重率可以表达为^[10]:

$$\text{失重率} = \frac{G_0 - G_1}{G_0} \times 100\%。$$

1.3.2 撕裂强度和压缩弹性的测试

根据标准 GB/T 3903.12—2005/IOS 20872:2001《裤型撕裂强力测试标准》在 Instron-3369 电子万能材料试验机上测试处理后样条的撕裂强力。

根据标准 GB/T 24442.2—2009《纺织品压缩性能的测试标准》在 KES 拉伸剪切测试仪上测试样品的压缩回弹性。

1.3.3 结构与形貌的测试

镀金后,用 JSM-5610LV 扫描电子显微镜对开纤前后的海岛型超纤革的表面形貌进行观察,加速电压 20 kV。

2 结果与讨论

2.1 正交试验设计与结果分析

正交试验的因素与水平分布如表 1 所示。

表 1 正交实验因素与水平

水平	因素 A:处理浓度/(g · L ⁻¹)	因素 B:处理温度/℃	因素 C:处理时间/min
1	10	68	10
2	20	83	20
3	30	98	30

本实验为三水平三因素正交试验,因主要研究海岛型超细纤维革材料的性能变化,所以暂时不考虑正交试验中各因素的交互作用,选用 $L_9(3^3)$ 来安排实验,以失重率、经纬向撕裂强力和压缩回弹性作为主要评价指标,实验的结果分析见表 2、表 3。

表 2 碱减量开纤处理正交实验设计

序号	A	B	C	WL/%	TS/N	RC/%	WC/(N · cm/cm ²)
1	1	1	1	3.06	242.46	57.34	0.95
2	1	2	2	12.07	238.48	50.3	0.66
3	1	3	3	18.02	236.09	50.09	0.39
4	2	1	2	14.88	243.62	53.00	0.94
5	2	2	3	24.00	285.00	50.35	0.56
6	2	3	1	16.87	232.88	49.42	0.58
7	3	1	3	19.36	272.15	54.36	0.29
8	3	2	1	20.87	279.54	55.71	0.68
9	3	3	2	23.55	300.48	44.7	0.37

注:WL 为失重率,TS 为撕裂强力,RC 为压缩弹性回复率,WC 为压缩比功。

表 3 极差直观分析

	WL/%			TS/N			RC/%			WC/(N · m/cm ²)		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
$\overline{K_1}$	11.05	12.43	13.60	239.01	252.74	251.63	52.58	54.90	54.16	0.67	0.73	0.74
$\overline{K_2}$	18.58	18.98	16.83	253.83	267.67	260.86	50.92	52.12	49.33	0.69	0.63	0.66
$\overline{K_3}$	21.26	19.48	20.46	284.06	256.48	264.41	51.59	48.07	51.60	0.45	0.45	0.41
极差	10.21	7.05	6.86	45.05	14.93	12.79	1.65	6.83	4.82	0.25	0.28	0.32

根据表 3 中各因素极差大小,排出 3 个因素对 3 个指标影响的重要性主次顺序:

失重率: $A > B > C$;

撕裂强力: $A > B > C$;

压缩回弹性: $B > C > A$;

压缩比功: $C > B > A$ 。

根据 $\overline{K_i}$ 的值与指标的关系,确定各因素水平的最佳组合:

失重率: $A_3B_3C_3$;

撕裂强力: $A_3B_2C_3$;

压缩回弹性: $A_1B_1C_1$;

压缩比功: $A_2B_1C_1$ 。

在此进行综合平衡以确定最优方案。

因素 A:对于失重率、撕裂强力来说,都是以 A_3 为最佳水平,故取 A_3 。

因素 B:对于失重率、撕裂强力来说是次要因素,取 B_3 和 B_2 ;对于压缩回弹性是主要因素,取 B_1 。综合考虑取 B_2 。

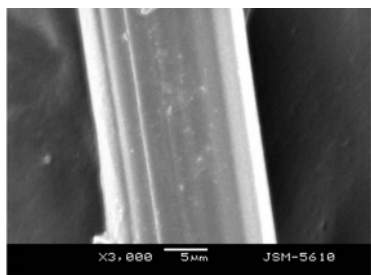
因素 C:对于压缩比功是主要因素,取 C_1 。

根据上面综合平衡的结果,可得出,最佳的工艺条件: $A_3B_2C_1$,即 30g/L, 85℃, 10 min。

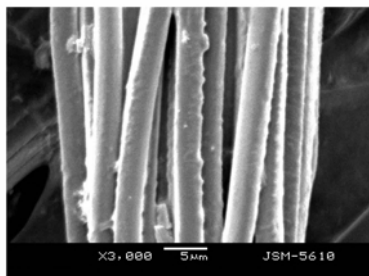
2.2 超纤革性能变化分析

2.2.1 结构与形貌

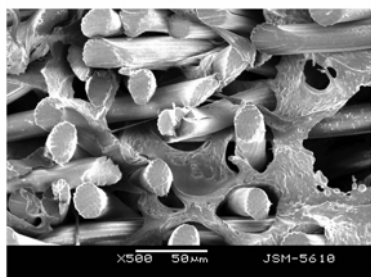
采用 SEM 观察了开纤处理前后的超纤革的结构与形貌变化,如图 1 所示。



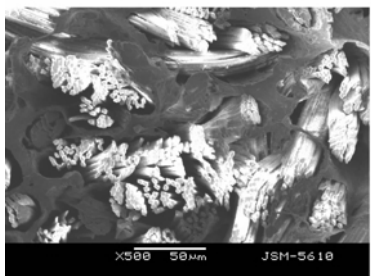
(a) 开纤处理前单纤



(b) 开纤处理后纤维束



(c) 开纤处理前截面



(d) 开纤处理后截面

图1 海岛型超细纤维革材料碱减量开纤处理前后的表面 SEM 照片

从表面观察海岛纤维的开纤效果,比较图 1(a)(b)发现,开纤处理前后的海岛型超细纤维由单根较粗的纤维解离成多根呈发散状、单纤间有缝隙的超细纤维束,单纤直径约为 3 μm ,但仍有少数纤维

间存在粘连。从截面观察超纤革材料的开纤效果,比较图 1(c)(d)发现,开纤处理后,超细纤维纤维束不再保持(c)中单纤的椭圆形,而是以发散的状态存在,且部分纤维束由于受到加工过程中聚氨酯基体的挤压而变形。

2.2.2 撕裂强力

由表 2 可知,随着各个因素水平的上升,撕裂强力基本呈上升趋势。这与前人认为的随着开纤程度的提升撕裂强力下降的结论相反^[11],可能是因为实验材料规格和实验条件的区别。分析其原因:根据上述对于超纤革材料开纤处理前后的结构与形貌分析可知,在材料中海岛纤维基本充分开纤时,由一根较粗的纤维分离成多根超细纤维(纤维束),在其撕裂过程中纤维间受到挤压而产生抱合摩擦力,相比单纤维拉伸,纤维束的断裂强力增大,从而整个超纤革材料纤维撕裂强力有所增大,但增加程度有限。

2.2.3 压缩弹性

压缩弹性包括压缩回弹性与压缩比功两方面,压缩回弹性反映的是织物的丰满度,其值越高,则织物的弹性越好;压缩比功反映的是织物的蓬松度,压缩比功越大织物越蓬松。

由表 2 看出,压缩回弹性与压缩比功的变化大体呈下降趋势,这种变化趋势与前人压缩回弹性随因素水平上升而增大的结论出入^[12],比较发现,也许是因为实验材料的规格不同,且开纤方法和条件有所区别。开纤处理条件差异较大的 1# 与 9# 样的压缩曲线可进一步说明这种变化趋势(图 2)。

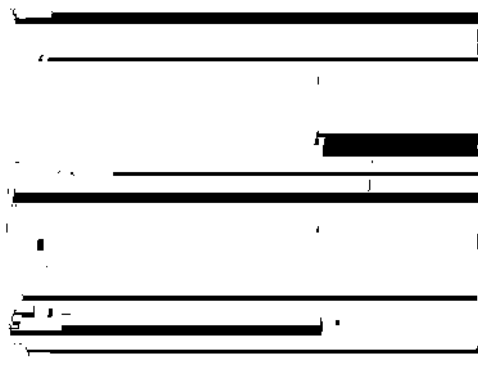


图2 试样 1#、9# 压缩曲线

图 2 反映了试样 1# 和 9# 压缩过程的厚度变化-压脚压力的关系。从图 3 可以看出织物单面压缩曲线可以分为毛羽压缩阶段 I、织物主体压缩阶段 II 和二者过渡阶段 III。

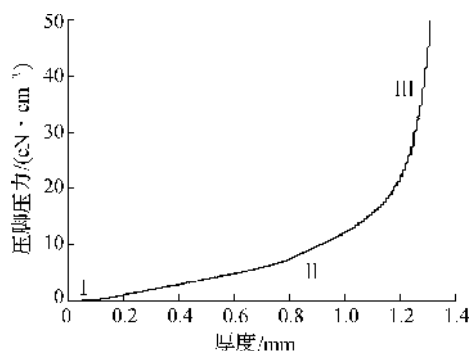
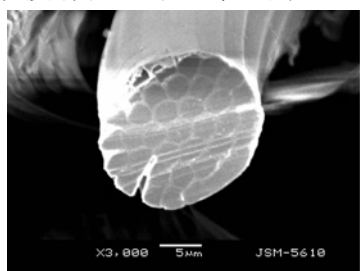


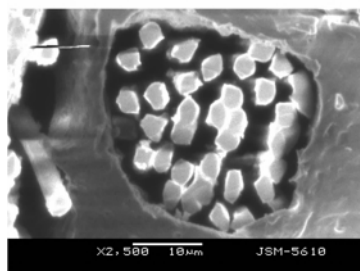
图3 典型织物单面压缩曲线

比较试样1#和9#的压缩曲线,发现在毛羽压缩阶段I中,其表面毛羽部分较多,试样9#的压缩位移明显较大;在过渡阶段II中,在压脚压力增大时超纤维内部空隙的填充主要包括聚氨酯与纤维间的空隙挤压填充及纤维间的空隙挤压填充,试样9#的最大压脚压力明显较小,说明其过渡阶段II更加容易;主体压缩阶段III中,在压脚压力的作用下试样从松散结构变得紧实,主要体现聚氨酯与超细纤维材料的压缩,试样1#和9#的压缩性能区别不大,压缩位移接近。在压缩回复阶段,也可分三个阶段表现其回复能力,主要体现在试样9#的毛羽压缩阶段I的压缩位移较试样1#大,过渡阶段II较试样1#压脚压力小。

在毛羽压缩阶段I,分析试样1#和9#的压缩位移的差异原因,是开纤充分使得超纤维表面毛羽增多,造成压缩位移增大;在过渡阶段II的压缩行为主要是超纤维材料内部空隙的挤压填充,观察图4试样1#和9#的截面SEM照片发现,两个试样的单纤开纤程度有明显的区别,试样1#的SEM照片



(a) 试样1#



(b) 试样9#

图4 试样1#、9#截面SEM照片

中单纤只有细微的开纤,而试样9#的SEM照片单纤基本已完全开纤,在该阶段压缩过程中,试样9#由于开纤程度较高,超纤维内部结构更加松散,其发散的纤维束更易变形,在较低的压脚压力下就会完成内部空隙的挤压填充;而在压缩回复中,由于试样9#的海岛纤维发散成纤维束,其单根超细纤维间的抱合和摩擦力使得超纤维更不易回复,所以在压缩回复的过渡阶段II中就表现为回复能力较差。

3 结论

a) 通过正交试验和极差分析得出,最佳工艺条件为碱溶液浓度 30 g/L,处理温度 85℃,处理时间 10 min。

b) 对处理后的海岛型超纤维的结构与形貌、撕裂强力和压缩弹性的研究表明,撕裂强力随开纤程度提高而上升,但其压缩弹性下降。

c) 通过对超纤维材料微观结构与形貌分析发现,开纤后纤维束内的单根超细纤维间的抱合和摩擦力的增大是造成以上变化的主要原因。

参考文献:

- [1] 安树林. 海岛纺丝-超细纤维-人造皮革[J]. 纺织学报, 2000(1): 48-50.
- [2] 任龙芳, 赵国徽, 强涛涛, 等. 超细纤维合成革仿天然皮革研究进展[J]. 皮革科学与工程, 2012, 22(1): 36-40.
- [3] 宗丽华, 靳向煜, 殷保璞. 定岛海岛纤维非织造基布的碱减量处理工艺[J]. 纺织学报, 2007(3): 49-52.
- [4] 金敬业, 杨建忠. 海岛复合纤维的聚氨酯革基布碱法开纤的工艺[J]. 合成纤维, 2011, 40(8): 12-16.
- [5] 修俊峰, 李淑莉, 程博闻, 等. PPS/PET 海岛型复合纤维开纤工艺研究[J]. 产业用纺织品, 2014(1): 28-31.
- [6] 陈佳孝, 白刚, 潘金红, 等. 开纤对超细纤维合成革基布性能的影响[J]. 中国皮革, 2010, 39(17): 31-33.
- [7] Purane S V, Panigrahi N R. Microfibers, microfilaments & their applications[J]. AUTEX Research Journal, 2007, 7(3): 148-158.
- [8] 白刚, 刘艳春. 苯甲醇对超细纤维合成革染色性能的影响[J]. 纺织学报, 2011(1): 78-81.
- [9] 段亚峰, 胡玲玲, 刘庆生. 小花纹麂皮绒织物的染色性能[J]. 纺织学报, 2014, 42(2): 22-25.
- [10] 段亚峰, 刘庆生. 小花纹麂皮绒织物的减量处理[J]. 纺织学报, 2006(7): 63-66.
- [11] 庄小雄, 杨喆, 陈伟, 等. 碱减量工艺对微孔型聚酯纤维强力的影响研究[J]. 中国皮革, 2010, 32(1): 11-13.
- [12] 杨友红. 海岛纤维贝斯革聚氨酯湿法凝固及开纤工艺研究[D]. 上海: 东华大学, 2008: 55-56.

Effects of Alkali Deweighting Technology Splitting Process on Properties of Sea-Island Ultrafine Fiber Leather

HUANG Yi¹, HAN Jian¹, YU Bin¹, ZHU Fei-chao¹, LI Xiao-qiang²

(1a. Zhejiang Provincial Key Laboratory of Industrial Textile Materials;

1b. College of Materials and Textiles, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou 310018, China;

2. Zhejiang Meisheng Industrial Co., Ltd. Shaoxing 312025, China)

Abstract: In order to investigate effects of NaOH solution concentration, treatment time and temperature in alkali deweighting technology on weight loss ratio, tear strength and compression elasticity of sea-island ultrafine fiber leather, three-factor and three-level orthogonal experiment was adopted, and structure and morphology changes before and after material splitting were observed. Influence of splitting technology on the properties was analyzed. The results show that alkali liquor concentration has most significant influence on splitting degree and properties of ultrafine fiber leather. Tear strength presents the rising trend as splitting degree improves, while elasticity of compression shows the falling trend. Through further analysis of scanning electron microscope and compression curve, it is known that after splitting, the changes in friction and cohesive force among single ultrafine fiber in ultrafine fiber bundle are the main causes. Under such conditions as 30 g/L, 85°C and 10 min, ultrafine fiber leather with excellent combination property and style can be gained.

Key words: sea-island ultrafine fiber leather; alkali deweighting technology; weight loss; tear strength; elasticity of compression

(责任编辑: 许惠儿)