



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102776600 B

(45) 授权公告日 2013. 12. 11

(21) 申请号 201210237910. 2

(22) 申请日 2012. 07. 10

(73) 专利权人 东华大学

地址 201620 上海市松江区松江新城人民北路 2999 号

(72) 发明人 张青红 毛新华 宗源 宋明
陈欣 顾莉琴 李细林 王宏志
黄建华 肖茹 刘将培

(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务所 31233
代理人 黄志达 谢文凯

(51) Int. Cl.
D01F 6/90(2006. 01)
D01F 1/10(2006. 01)

审查员 吴万涛

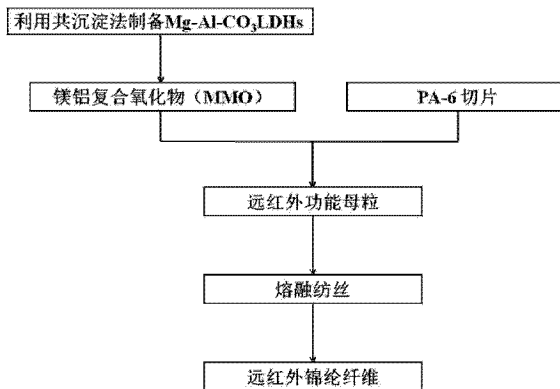
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种高效远红外锦纶纤维的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,包括:(1)将可溶性镁盐和可溶性铝盐配制成混合水溶液,然后逐滴加入到NaOH/Na₂CO₃溶液中,晶化后抽滤、洗涤、烘干得到Mg-Al-CO₃ LDHs;(2)将上述Mg-Al-CO₃ LDHs经过高温煅烧,得到MMO;(3)将聚酰胺6切片干燥后,与上述MMO均匀混合,共混造粒得到远红外母粒切片;(4)将上述远红外母粒切片真空鼓风干燥,最后熔融纺丝得到远红外锦纶纤维。本发明的制备工艺简单,成本低廉;得到的远红外功能锦纶纤维,具有良好的力学性能和优异的远红外发射率,能促进人体血液循环、提高免疫力,具有优良的保暖、保健功效。



1. 一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,包括:

(1)将可溶性镁盐和可溶性铝盐配制成混合水溶液,然后逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中,然后在 80 ~ 100℃晶化 2 ~ 6h,抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃LDHs ;Mg-Al-CO₃LDHs 中 Mg 元素与 Al 元素的摩尔比为 2:1 ;

(2)将上述 Mg-Al-CO₃LDHs 经过 400 ~ 600℃高温煅烧 3 ~ 5h,得到 MMO ;

(3)将聚酰胺 6 切片真空干燥后,与上述 MMO 均匀混合,共混造粒得到远红外母粒切片 ;

(4)将上述远红外母粒切片经过真空鼓风干燥,最后熔融纺丝得到远红外锦纶纤维,其中得到的远红外锦纶纤维的远红外法向发射率为 87.3%。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(1)中所述的可溶性镁盐为 MgCl₂ · 6H₂O,可溶性铝盐为 AlCl₃ · 6H₂O。

3. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(1)中所述的 NaOH/Na₂CO₃ 溶液的 pH 值为 12 ~ 14。

4. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(3)中所述真空干燥的温度为 100 ~ 130℃,时间为 12 ~ 36h。

5. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(3)中所述 MMO 的添加量为聚酰胺 6 切片的 1 ~ 4wt%。

6. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(4)中所述真空鼓风干燥的温度为 100 ~ 140℃。

7. 根据权利要求 1 所述的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,其特征在于:步骤(4)中所述的熔融纺丝的温度为 265 ~ 290℃,速度为 3500 ~ 8000m/min。

一种高效远红外锦纶纤维的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于功能性锦纶纤维的制备领域,特别涉及一种高效远红外锦纶纤维的制备方法。

背景技术

[0002] 当今社会,人们越来越重视身体健康,功能性纺织品也被给予了更多关注。差别化、功能化纤维的生产规模亦越来越大,主要包括阻燃、抗菌、抗静电、抗紫外、远红外纤维等,具有保暖、保健特殊功能的远红外纤维作为一种差别化纤维,有“生命的纤维”之称,远红外纤维制品也被誉为 21 世纪人类最需要的保健品,拥有广阔的实用价值和应用前景。日本、俄罗斯、德国等在 20 世纪 80 年代开始该技术的研究开发,尤其是日本研究最早,产品也比较丰富。国内开发远红外织物始于 90 年代初,产品的性能和日本等国家相比有一定的差距。

[0003] 常温下远红外发射率 65% 以上的陶瓷粉体可用作远红外功能材料,很多无机物,如氧化物、碳化物、硼化物等都具有远红外辐射特性,然而单一物质的红外发射率低,一般选用多种氧化物的混合物作远红外功能材料。层状双氢氧化物(layered double hydroxides) LDHs 是一种层状结构的阴离子型粘土,具有特殊的层状结构及物理化学性质。(Rives, Materials Chemistry and Physics, 2002, 75:19) LDHs 的结构非常类似于水镁石 $Mg(OH)_2$, 由 MgO_6 八面体共用棱形成单元层, Mg^{2+} 位于八面体的中心, OH^- 位于八面体的顶点,这些八面体在平面内堆积成二维的层。(Goh, Lim, Dong, Water Research, 2008, 42:1343-1368) LDHs 经过高温煅烧后转变为 MMO。在此前我们已经提到氧化镁和氧化铝本身就是常用的远红外陶瓷粉体,同样地,MMO 也可用作新型远红外纳米粉体,而且,复合氧化物中两者的均匀混合可拓宽它们在更宽波段内的远红外发射率,也赋予了其新的潜在的应用。Wang 等报道了将 Mg-Al- CO_3 LDHs 和 Mg-Al-DIA LDHs 分别添加到 LDPE 农膜中,其结果表明,添加这两种 LDHs 的 LDPE 农膜光透过率几乎没有改变,但对 $1428-400cm^{-1}$ 的红外吸收效果显著。LDHs 及其 MMO 在 $400-1500cm^{-1}$ 波段有强烈的红外吸收,具有优异的红外吸收性能(Wang, et al., Journal of Solid State Chemistry, 2010, 183, 1114-1119)。因此,将 MMO 添加到聚合物基体中可以赋予聚合物新的性能,在高性能远红外纤维上有着重要的应用前景。特别地,远红外锦纶纤维还缺少大规模的生产和应用,开发远红外锦纶相关产品具有巨大的潜在价值。

[0004] 锦纶是合成纤维的主要品种之一,又叫聚酰胺纤维,俗称尼龙。锦纶是用主链上含有酰胺基($-CONH-$)与烃基连接为结构单元的线型聚酰胺制成的合成纤维。由于尼龙在分子结构上的规则排列,大分子间能形成许多氢键结构,使其具有高结晶度,在力学性能、化学性质、热性能等方面具有突出的优点。锦纶的主要品种是尼龙 66 和尼龙 6。目前尼龙 6 是尼龙品种中产量最大的,以尼龙 6 作为原料制备远红外锦纶纤维,具有广阔的市场前景和应用价值。

[0005] 目前远红外纤维的制备中主要存在以下问题:远红外添加剂的粒径大且不均一、

粉体后加工处理繁琐、纤维可纺性差以及纤维表面粗糙手感差。因此,开发新型高效的远红外功能纤维成为发展趋势。目前将 LDHs 高温煅烧后形成的粒径小且分布均匀的 MMO 添加到纤维中制备远红外锦纶纤维还未报道。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是提供一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,该方法工艺简单,成本低廉,易于工业化生产,制备的远红外锦纶纤维力学性能好、远红外发射率高,可以用于开发性能优良的远红外保暖保健制品。

[0007] 本发明的一种高效远红外锦纶纤维的制备方法,包括:

[0008] (1) Mg-Al-CO₃ LDHs 的制备:

[0009] 将可溶性镁盐和可溶性铝盐配制成混合水溶液,然后逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ (NaOH 与 Na₂CO₃ 的质量比为 4:5) 溶液中,然后在 80~100℃ 晶化 2~6h,抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs;

[0010] (2) MMO 的制备:

[0011] 将上述 Mg-Al-CO₃ LDHs 经过 400~600℃ 高温煅烧 3~5h,失去羟基和 CO₃²⁻ 得到 MMO (合金属氧化物, mixed metal oxide);

[0012] (3) 远红外母粒的制备:

[0013] 将聚酰胺 6 切片真空干燥后,与上述 MMO 均匀混合,共混造粒得到远红外母粒切片;

[0014] (4) 远红外锦纶纤维的制备

[0015] 将上述远红外母粒切片经过真空鼓风干燥,最后在双螺杆复合纺丝机上熔融纺丝得到远红外锦纶纤维。

[0016] 步骤(1)中所述的可溶性镁盐为 MgCl₂·6H₂O,可溶性铝盐为 AlCl₃·6H₂O。

[0017] 步骤(1)中所述的 NaOH/Na₂CO₃ 溶液的 pH 值为 12~14。

[0018] 步骤(1)得到的 Mg-Al-CO₃ LDHs 中 Mg 元素与 Al 元素的摩尔比为 2:1。

[0019] 步骤(3)中所述 MMO 的添加量为聚酰胺 6 切片的 1~4wt%。

[0020] 步骤(3)中所述真空干燥的温度为 100~130℃,时间为 12~36h。

[0021] 步骤(4)中所述真空鼓风干燥的温度为 100~140℃。

[0022] 步骤(4)中所述的熔融纺丝温度为 265~290℃,速度为 3500~8000m/min。

[0023] 步骤(4)中得到的远红外锦纶纤维的远红外法向发射率为 87.3%。

[0024] 本发明主要是向聚酰胺 6 中添加复合金属氧化物(mixed metal oxide,MMO),经共混造粒、熔融纺丝得到一种新型高效远红外锦纶纤维;本发明所选用的远红外添加剂是由层状双氢氧化物(LDHs)经 400~600℃ 煅烧得到的 MMO。

[0025] 本发明的镁铝复合氧化物,其组份主要包括 MgO 和 Al₂O₃,不同于两者的简单混合物,这种复合氧化物是由 LDHs 前驱体煅烧制备而成,两种成分之间具有高度分散性和均匀性,克服了传统远红外陶瓷粉体存在的问题,提高了纤维制品的远红外发射率,当添加量为 2wt%时,所制备的锦纶纤维经过 IR-1 型远红外发射率测量仪上测得其在 8-14 μm 波段的远红外法向发射率为 87.3%。

[0026] 本发明采用镁铝 LDHs 经过高温煅烧得到高比表面积的镁铝 MMO 作为远红外添加

剂,与聚酰胺 6 共混熔融纺丝制得远红外锦纶纤维。所制备的镁铝 LDHs 比表面积高、煅烧后得到的 MMO 粒径小,分布较均匀。

[0027] 有益效果:

[0028] (1) 本发明的制备工艺简单,成本低廉,具有巨大的应用价值和广阔的市场前景,易于实现工业化生产;

[0029] (2) 本发明以镁铝 LDHs 分解得到的镁铝 MMO 作为远红外添加剂,经共混、纺丝得到了一种新型高效的远红外功能锦纶纤维,具有良好的力学性能和优异的远红外发射率,其远红外法向发射率为 87.3%,能促进人体血液循环、提高免疫力,具有优良的保暖、保健功效。

附图说明

[0030] 图 1. Mg-Al-CO₃ LDHs 和 MMO 的 X 射线衍射图;

[0031] 图 2. MMO 的 N₂ 吸附-脱附等温曲线和孔径分布;

[0032] 图 3. 本发明的高效远红外锦纶纤维的制备工艺流程图;

[0033] 图 4. 本发明的高效远红外锦纶纤维表面的扫描电镜照片。

具体实施方式

[0034] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0035] 实施例 1

[0036] 室温下称取 51g MgCl₂·6H₂O 和 45g AlCl₃·6H₂O,将两者加入到 265 ml H₂O 中配成混合溶液,逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中 (pH=14),在 90℃ 下晶化 4h 并抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs。将制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 在 500℃ 下煅烧 4h 得到 MMO,称取 10kg 聚酰胺 6 切片在真空烘箱里 120℃ 干燥 12h。将 MMO 按聚合物切片的 2wt% 加入到干燥好的聚酰胺 6 切片并混合均匀,在双螺杆挤出机里共混造粒得到远红外功能母粒。最终切片经过 120℃ 真空鼓风干燥,并在双螺杆复合纺丝机上熔融纺丝得到远红外锦纶纤维,纺丝温度为 275℃,纺丝速度为 3500m/min。

[0037] 图 1 为本实施例制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 和镁铝复合氧化物 MMO 的 X 射线衍射图。从图中可以看出,经过煅烧后层状结构破坏,失去层间水分、碳酸根以及层间羟基,得到氧化镁和氧化铝分散高度均匀的粉体。

[0038] 实施例 2

[0039] 室温下称取 51g MgCl₂·6H₂O 和 45g AlCl₃·6H₂O,将两者加入到 265ml H₂O 中配成混合溶液,逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中 (pH=12)在 80℃ 下晶化 6h,并抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs。将共沉淀法制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 在 500℃ 下高温煅烧 4h 得到 MMO,称取 8kg 聚酰胺 6 切片在真空烘箱里 120℃ 干燥 24h。将 MMO 按聚合物切片的 3wt% 加入到干燥好的聚酰胺 6 切片并混合均匀,在双螺杆挤出机里共混造粒得到远红外功能母粒。最终切片经过 120℃ 真空鼓风干燥,并在双螺杆复合纺丝机上熔融纺丝得到远红外锦纶纤维,

纺丝温度为 265℃, 纺丝速度为 4000m/min。

[0040] 图 2 为本实施例制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 经过高温煅烧得到的 MMO 的 N₂ 吸附-脱附等温曲线以及对应的孔径分布曲线, 其比表面积为 180m²/g。

[0041] 实施例 3

[0042] 室温下称取 51g MgCl₂·6H₂O 和 45g AlCl₃·6H₂O, 将两者加入到 265ml H₂O 中配成混合溶液, 逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中 (pH=14), 在 80℃ 下晶化 6h 并抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs。将制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 在 400℃ 下高温煅烧 5h 得到 MMO, 称取 10kg 聚酰胺 6 切片在真空烘箱里 110℃ 干燥 36h。将 MMO 按聚合物切片的 3wt% 加入到干燥好的聚酰胺 6 切片并混合均匀, 在双螺杆挤出机里共混造粒得到远红外功能母粒。最终切片经过 120℃ 真空鼓风干燥, 并熔融纺丝得到远红外锦纶纤维, 纺丝温度为 280℃, 纺丝速度为 3500m/min。

[0043] 图 3 为本实施例中新型高效远红外锦纶纤维的制备工艺流程图, 采用全造粒法制备远红外锦纶纤维。图 4 为本实验例中远红外锦纶纤维无油丝的 SEM 图, 可以看出这种添加剂在纤维表面具有良好的分散性。

[0044] 实施例 4

[0045] 室温下称取 51g MgCl₂·6H₂O 和 45g AlCl₃·6H₂O, 将两者加入到 265ml H₂O 中配成混合溶液, 逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中 (pH=10), 在 100℃ 下晶化 2h 并抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs。将制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 在 400℃ 下高温煅烧 3h 得到 MMO, 称取 10kg 聚酰胺 6 切片在真空烘箱里 110℃ 干燥 24h。将 MMO 按聚合物切片的 3wt% 加入到干燥好的聚酰胺 6 切片并混合均匀, 在双螺杆挤出机里共混造粒得到远红外功能母粒。最终切片经过 120℃ 真空鼓风干燥, 并熔融纺丝得到远红外锦纶纤维, 纺丝温度为 275℃, 纺丝速度为 5000m/min。

[0046] 实施例 5

[0047] 室温下称取 51g MgCl₂·6H₂O 和 45g AlCl₃·6H₂O, 将两者加入到 265ml H₂O 中配成混合溶液, 逐滴加入到 NaOH/Na₂CO₃ 溶液中 (pH=10), 在 90℃ 下晶化 3h 并抽滤、洗涤、烘干得到 Mg-Al-CO₃ LDHs。将制备的 Mg-Al-CO₃ LDHs 在 600℃ 下高温煅烧 4h 得到 MMO, 称取 10kg 聚酰胺 6 切片在真空烘箱里 130℃ 干燥 12h。将 MMO 按聚合物切片的 3wt% 加入到干燥好的聚酰胺 6 切片并混合均匀, 在双螺杆挤出机里共混造粒得到远红外功能母粒。最终切片经过 120℃ 真空鼓风干燥, 并熔融纺丝得到远红外锦纶纤维, 纺丝温度为 265℃, 纺丝速度为 8000m/min。

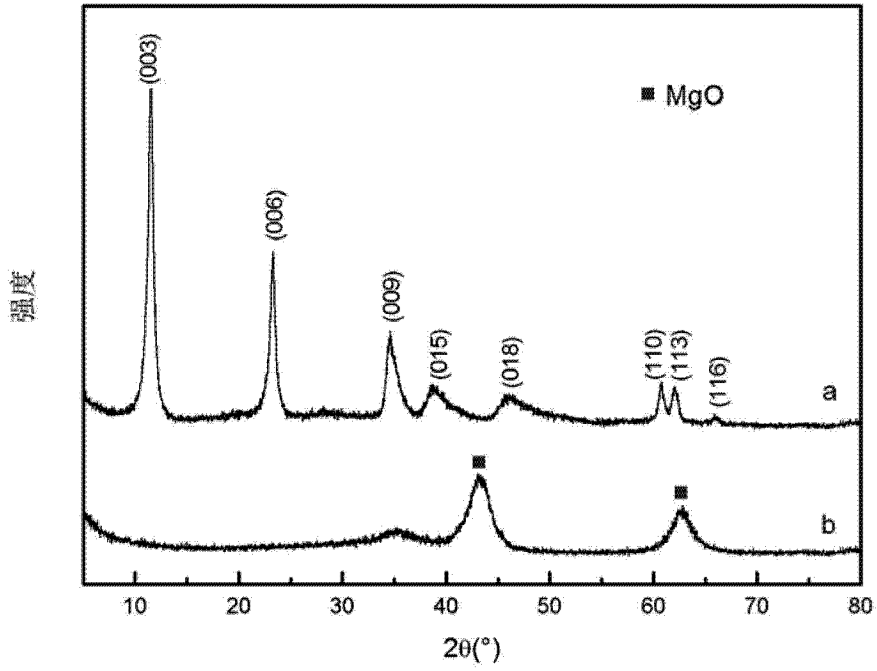


图 1

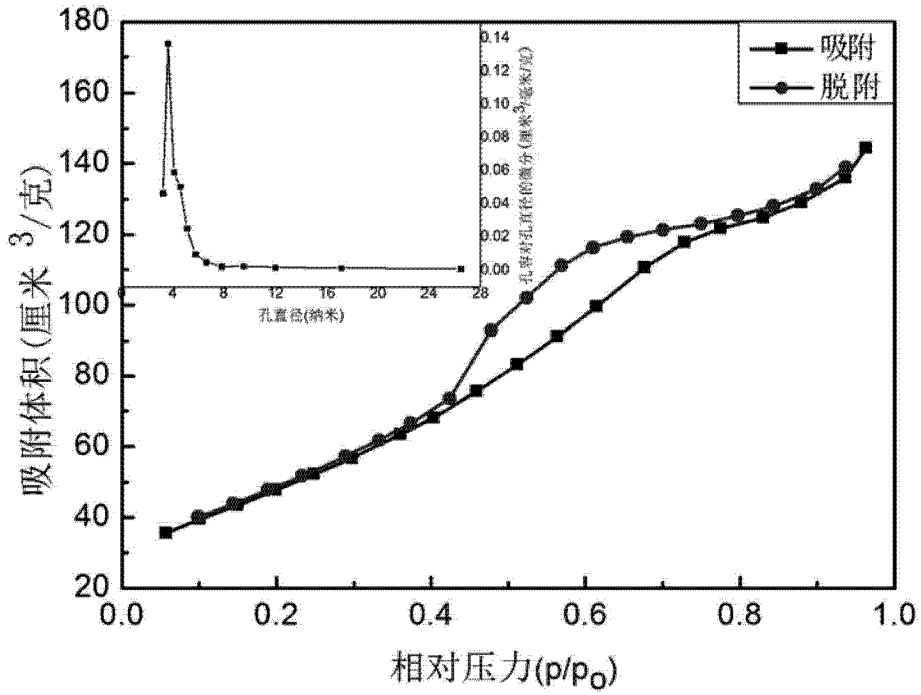


图 2

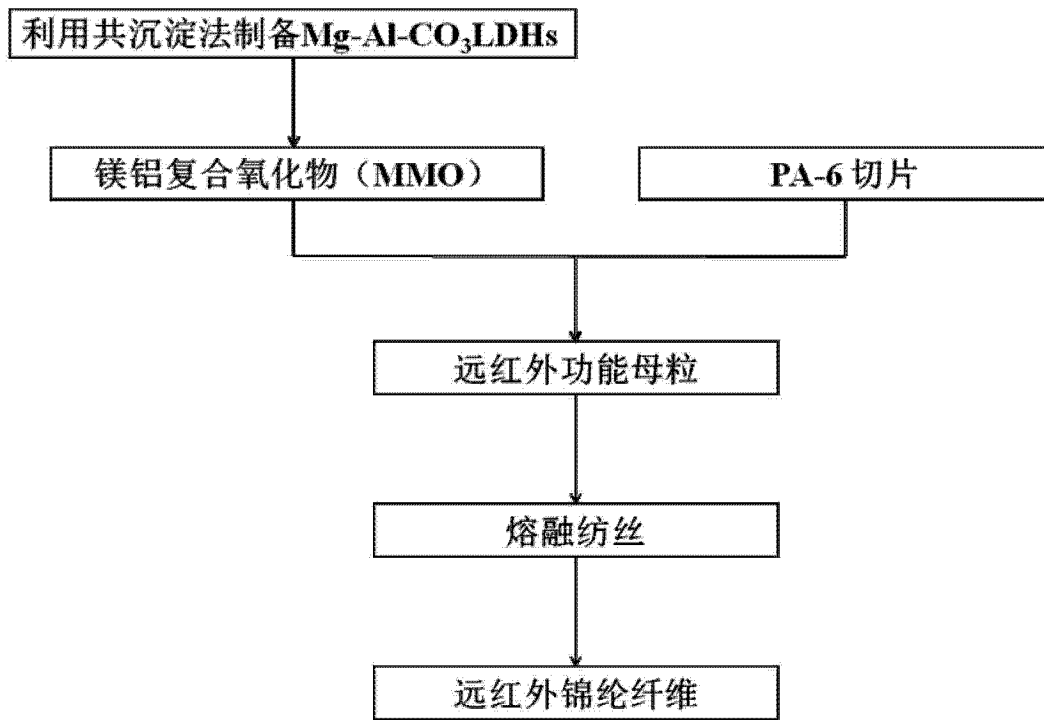


图 3

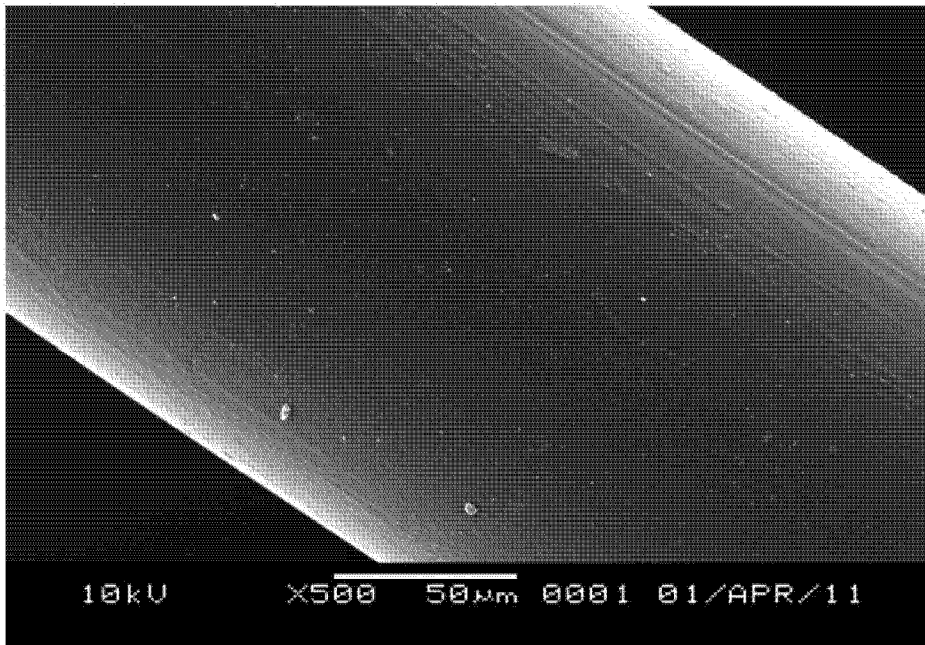


图 4