

WO 2020/037699 A1

## (12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织

国 际 局

(43) 国际公布日

2020 年 2 月 27 日 (27.02.2020)



WIPO | PCT



(10) 国际公布号

WO 2020/037699 A1

(51) 国际专利分类号:

D01F 6/92 (2006.01) D01F 1/07 (2006.01)  
D01F 1/10 (2006.01)

经十路 9777 号 鲁商国奥城 4 号楼 502 室,  
Shandong 250013 (CN).

(21) 国际申请号:

PCT/CN2018/103019

(22) 国际申请日: 2018 年 8 月 29 日 (29.08.2018)

(25) 申请语言:

中文

(26) 公布语言:

中文

(30) 优先权:

201810957333.1 2018 年 8 月 22 日 (22.08.2018) CN

(71) 申请人: 中科纺织研究院(青岛)有限公司 (SINOTECH ACADEMY OF TEXTILE (QINGDAO) CO., LTD.) [CN/CN]; 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。

(72) 发明人: 黄效华 (HUANG, Xiaohua); 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。甄丽 (ZHEN, Li); 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。黄效谦 (HUANG, Xiaoqian); 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。黄效龙 (HUANG, Xiaolong); 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。刘宇 (LIU, Yu); 中国山东省青岛市市北区四流南路 80 号乙 (5) 内 90 号 210A 室, Shandong 266000 (CN)。

(74) 代理人: 山东济南齐鲁科技专利事务所有限公司 (SHANDONG JINAN QILU SCIENCE PATENT OFFICE LTD); 中国山东省济南市历下区

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

(54) Title: PLANT EXTRACT-CONTAINING POLYESTER FIBER

(54) 发明名称: 含植物提取物的涤纶纤维

(57) Abstract: A plant extract-containing polyester fiber, raw materials thereof comprising: polyester pellets, calcium carbide powder, liuhuan stone powder, halloysite powder, a plant extract functional additive, AGE, an organic acid salt, chromium sulfate, a dispersant, a surface-active phospholipid, a plasticized starch, chitosan, a wetting agent, CMC-Na, and an antistatic agent. The plant extract consists of Sarcandra glabra extract, mugwort extract, snow lotus extract, and seaweed extract, the ratio thereof being 5:1:1:2. The prepared plant extract-containing polyester fiber features excellent natural functionality, a relatively high dry heat shrinkage rate, breaking strength, and elastic elongation rate, and improved wear resistance. The fiber is non-toxic and non-flammable, is able to effectively control the spread of fire, and is safe and environmentally friendly.

(57) 摘要: 一种含植物提取物的涤纶纤维, 原料包括: 涤纶聚酯切片、电石粉、六环石粉、埃洛石粉、植物提取物功能添加剂、AGE、有机酸盐、硫酸铬、分散剂、表面活性磷脂、塑化淀粉、壳聚糖、润湿剂、CMC-Na 和防静电剂; 所述的植物提取物, 由草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物组成, 比例为 5:1:1:2; 制备的含有植物提取物的涤纶纤维, 具有良好的天然功能性, 具有较高的干热收缩率、断裂强度和弹性延伸率, 耐磨性上均有较大的提高, 无毒不燃, 可有效控制火灾的蔓延, 安全环保。

## 含植物提取物的涤纶纤维

### 技术领域

本发明涉及合成纤维技术领域，涉及一种含植物提取物的涤纶纤维，具体涉及一种含植物提取物的涤纶纤维。

### 背景技术

涤纶是合成纤维中的一个重要品种，是我国聚酯纤维的商品名称，具有结实耐用、弹性好、不易变形、耐腐蚀、绝缘、挺括、易洗快干等特点。涤纶是世界产量最大，应用最广泛的合成纤维品种，涤纶占世界合成纤维产量的 60%以上。

含有植物提取物的涤纶纤维，在理论上因其兼具植物提取物的功能作用和涤纶纤维自身的性质，应用前景广泛，但在实际的制备中，主要存在以下缺陷：(1)与其他功能材料混合使用容易改变原涤纶性状，直接影响涤纶纤维的干热收缩率、断裂强度和弹性延伸率、耐磨性等指标；(2)各功能材料之间相容性差，影响了功能材料的作用。因此，这在一定程度上限制了涤纶纤维的应用空间。因此，急需改变现有涤纶纤维配方和制备方法，改进性能，以适应社会多样的需求。

中国发明专利号为 CN201610591164.5，发明名称为一种含海泥的皮芯型涤纶纤维及其制备方法，该纤维包括皮层与芯层，且芯层的外部均匀包覆皮层，所述皮层的原料按重量百分比计包括：涤纶切片 80-97%，海泥/植物源复合物 2.7-18%，偶联剂 0.3-2%，所述芯层的原料按重量百分比计包括：聚对苯二甲酸乙二醇酯 95-98.5%，塔柏籽油 1.4-3.5%，二异辛基二苯胺 0.1-1.5%；皮层原料占纤维总重量的 20-60%，芯层原料占纤维总重量的 80-40%。该项专利主要是通过复合纺丝工艺制成含有海泥的皮芯复合涤纶纤维。由于此方法的皮芯结构分割明显，因此在纤维使用过程中，纤维容易产生原纤化，造成纤维强力降低，使用稳定性差，纤维耐磨性差。

基于以上理由，发明一种具有良好的植物功能性，耐磨性好，具有较好的干热收缩率、断裂强度的涤纶纤维具有重要的意义。

### 发明内容

为了解决现有技术中存在的技术问题，本发明提供一种含植物提取物的涤纶纤维，可以实现以下发明目的：

本发明的一种含植物提取物的涤纶纤维，与其他原料混合使用不会改变原产品性状，具有较好的干热收缩率、断裂强度和弹性延伸率，耐磨性和阻燃性上均有较大的提高，无毒不燃，可有效控制火灾的蔓延，安全环保。

为解决上述技术问题，采用以下技术方案：

一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于，原料包括六环石粉、埃洛石粉和表面活性磷脂。

作为本发明优选的技术方案，所述含有植物提取物的涤纶纤维，由以下原料组成：涤纶聚酯切片、电石粉、六环石粉、埃洛石粉、植物提取物功能添加剂、AGE、有机酸盐、硫酸铬、分散剂、表面活性磷脂、塑化淀粉、壳聚糖、润湿剂、CMC-Na 和防静电剂。

作为本发明优选的技术方案，所述含有植物提取物的涤纶纤维，按重量份数计，由以下原料组成：涤纶聚酯切片 280–300 份、电石粉 3–7 份、六环石粉 2–6 份、埃洛石粉 2–5 份、植物提取物功能添加剂 10–12 份、AGE8 份、有机酸盐 2–6 份、硫酸铬 0.2 份、分散剂 4–8 份、表面活性磷脂 9–12 份、塑化淀粉 8 份、壳聚糖 10 份、润湿剂 10 份、CMC-Na24 份和防静电剂 12 份。

进一步的，作为本发明优选的技术方案，所述原料，由以下原料组成：所述含有植物提取物的涤纶纤维，由以下原料组成：涤纶聚酯切片 290 份、电石粉 3 份、六环石粉 4 份、埃洛石粉 3 份、植物提取物功能添加剂 11 份、AGE8 份、有机酸盐 4 份、硫酸铬 0.2 份、分散剂 6 份、表面活性磷脂 10 份、塑化淀粉 8 份、壳聚糖 10 份、润湿剂 10 份、CMC-Na24 份和防静电剂 12 份。

作为本发明优选的技术方案，所述植物提取物功能添加剂，包含植物提取物；所述植物提取物由草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物组成，比例为 5:1:1:2；

所述植物提取物功能添加剂的制备方法包括：

A、将木素溶解于氢氧化钠溶液中，搅拌 12–16min 混合均匀后加入冰醋酸，调节 pH 值 2–3，加入漆酶和木素过氧化酶，然后搅拌 3–8min，将温度升至 30–40℃，保温 10–20min；然后用冰醋酸调节 pH 值 1–2，加入乙二胺，在水浴中加热反应 100–150min；

B、反应完成后用氢氧化钠调节 pH 值至 4-5，按照质量比例加入植物提取物，采用搅拌器混合，并采用两次超声处理，分散均匀；所述第一次超声时间为 20-25min，超声频率为 50-100KHz；所述第二次超声时间为 45-60min，二次超声频率为 100-120 KHz；

C、分散完成后加入硝酸铈铵，然后升温至 80-85℃，继续反应 50-120min，最后将反应物经过洗涤、提纯、真空干燥制得植物提取物功能添加剂。

进一步的，所述木素的加入量为所述植物提取物功能添加剂质量的 5-20%；所述植物提取物的加入量为所述木素质量的 70-120%；所述漆酶的加入量为木素质量的 1.3-1.5%；所述木素过氧化酶的加入量为木素质量的 0.7-1.5%；

所述硝酸铈铵的加入量为所述植物提取物的 0.7-2.5%；

所述乙二胺的加入量为木素质量的 150-200%；

所述水浴温度为 65-75℃。

先将木素改性后，在木素基团表面引入有机胺基团，以醚键的方式接枝到木素的苯环上，基于木素表面的网络三维结构，特别是经过改性后极易吸附植物提取物，作为植物提取物的载体将植物提取物与涤纶纤维紧密结合；同时将木素的功能性与植物提取物的功能性集中体现在制备的涤纶纤维中。

所述草珊瑚提取物为双子叶植物药金粟兰科植物接骨金粟兰的枝叶的提取物，英文名称：Sarcandra glabra Extract，含左旋类没药素甲（istanbulin A），异秦皮定（isofraxiden），延胡索酸（fumaric acid）琥珀酸（succinic acid），黄酮甙及香豆精衍生物。具有治疗肺炎、急性阑尾炎、急性胃肠炎、菌痢、风湿疼痛、跌打损伤、骨折、肿瘤的作用，市售。

所述艾草提取物为中国传统中药材艾叶的提取物，含有挥发油、黄酮类、三萜类、桉叶烷类以及微量元素以及鞣质、多糖等化合物，其活性成分主要为挥发油和黄酮类。具有抗菌、抗病毒、祛痰、止咳平喘、抗过敏、抗凝血、补体激活、镇静、散寒止痛，温经止血，外治皮肤瘙痒的作用等多种药理活性，市售。其中，所述艾草提取物为黄棕色粉末，细度为 400 目，黄酮含量 >28.6%；

所述雪莲提取物是中国传统中药雪莲花的提取物，含有黄酮类、香豆素类、蒽醌类以及倍半萜类化合物，具有多种保健功能；市售，其中，芸香甙含量 6.3–12.2%，雪莲内酯 0.1–6.8%，生物碱 0.1–5.0%，挥发油 2.5%，多糖 8.5–15.6%；

所述海藻提取物 (Sesmollient) 为马尾藻科植物海蒿子 *Sargassum pallidum* (Turn.) C. Ag. 或羊栖菜 *S. fusiforme* (Harv.) Setch. 的藻体的提取物，市售；内含有藻胶酸，粗蛋白，多种维生素，酶和微量元素。带有大量的阴离子，还可以刺激纤维细胞生成胶原蛋白和弹性蛋白，促进皮肤的新陈代谢，抗皱，抗衰老。增进表面皮肤造血功能对体外皮肤抑菌使用。其中，所述海藻提取物，蛋白质 51.4–58.3%，海藻碘 2.4–9.6%，甘露醇 1.0–10.2%；

所述草珊瑚提取物，纤维含量≤5.8%，异嗪皮啶含量为 2.8%；

所述 CMC-Na，有效成分含量≥99.2%，1%含水悬浮液的 pH 值为 8.2。

作为本发明优选的技术方案，所述的有机酸盐由乙酰水杨酸钠、腐植酸钠和氨基葡萄糖酸锌组成，质量比为 3:1:4；

所述润湿剂为聚醚改性二甲基硅氧烷共聚体溶液，其质量百分浓度为 22%，溶剂为二甲苯；

所述表面活性磷脂，色泽<10，10%水溶液 pH 值为 5.0–7.2，固含量为 41.0 ± 1.2%；

所述埃洛石粉，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 68.06–69.00%，SiO<sub>2</sub> 含量为 16.03–17.22%，K<sub>2</sub>O 含量为 1.07%，Na<sub>2</sub>O 含量为 10.06%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.77%。

上述含植物提取物的涤纶纤维，该纤维的制备方法包括：

(1) 向有机酸盐中加入硫酸铬，在 95℃下搅拌 12min，降温到 50℃，开动分散机调整转速至 800rad/min，得组份 A；

(2) 混合研磨：按重量分数，取电石粉、六环石粉、埃洛石粉，放入砂磨机，启动砂磨机进行研磨，控制温度在 40℃以下，研磨至细度≤10 μm，加入 AGE、润湿剂分散 25min，得组份 B；

(3) 将分子量为 20 万以及以下的壳聚糖溶于水中，依次加入植物提取物功能添加剂、表面活性磷脂、塑化淀粉、CMC-Na 和总质量三分之一的防静电剂，将以上混合物进行红外-超声波处理，处理波时间 25min，得组份 C；

(4) 将涤纶聚酯切片加热至熔融状态，依次加入组分 B、组分 C 和组分 A，混合，然后再依次缓慢加入分散剂和剩余的防静电剂，并以 1050–1100rad/min 转速搅拌 20min，经熔融纺丝方法制得本发明含有植物提取物的涤纶纤维。

作为本发明优选的技术方案，所述红外-超声波处理，红外波长 3.6 μm；超声波频率为 95KH；红外-超声波处理时间 25min。

作为本发明优选的技术方案，所述熔融纺丝，熔融纺丝的温度 272℃，侧吹风风速为 0.6m/s，卷绕纺丝速度 4200m/min；并丝率为 0.0002%，硬丝率 0.0001%。

由于采用了上述技术方案，本发明达到的技术效果如下：

本发明的一种含植物提取物的涤纶纤维，各项指标均达到涤纶纤维所要求的正常指标，与其他原料混合使用不会改变原产品性状，得到的涤纶纤维，具有较高的干热收缩率、断裂强度和弹性延伸率，耐磨性上均有较大的提高，无毒不燃，可有效控制火灾的蔓延，安全环保；具体如下：

- (1) 本发明制备的含有植物提取物的涤纶纤维，干热收缩率为 2.1–3.3%；
- (2) 本发明制备的含有植物提取物的涤纶纤维，断裂强度为 6.2–7.5cN/dtex；
- (3) 本发明制备的含有植物提取物的涤纶纤维，耐磨性能高，耐磨往复式试验机 2000 次损耗 0.001–0.002g/cm<sup>2</sup>；
- (4) 本发明制备的含有植物提取物的涤纶纤维，防火性好，具有较强的阻燃性，总燃烧时间为 0.8–1.4s；LOI 值为 57–65%；
- (5) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，驱螨率为 88.4–92.1%；防霉等级 0–2 级；对大肠杆菌抑菌率 97.3–99.5%；对金黄色葡萄球菌抑菌率 96.4–99.9%；负离子发生持续均匀性较好；
- (6) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，负离子发生功效持久，持续均匀性得以提升，经过 50 次常规水洗后，其负氧离子发生率为原来的 83.1–94.2%。

### 具体实施方式

**实施例 1 一种含植物提取物的涤纶纤维，其制备方法包括以下步骤：**

一种含植物提取物的涤纶纤维，按重量份，具体包括以下原料：

涤纶聚酯切片 280 份、电石粉 4 份、六环石粉 2 份、埃洛石粉 2 份、植物提

取物功能添加剂 10 份、AGE8 份、有机酸盐 2 份、硫酸铬 0.2 份、分散剂 4 份、表面活性磷脂 9 份、塑化淀粉 8 份、壳聚糖 10 份、润湿剂 10 份、CMC-Na24 份和防静电剂 12 份；

所述的有机酸盐由乙酰水杨酸钠、腐植酸钠和氨基葡萄糖酸锌组成，质量比为 3:1:4；

所述润湿剂为聚醚改性二甲基硅氧烷共聚体溶液，其质量百分浓度为 22%，溶剂为二甲苯；

所述表面活性磷脂，色泽<10，10%水溶液 pH 值为 5.0–7.2，固含量为 41.0 ± 1.2%；

所述塑化淀粉，为羧甲基淀粉醚，粘度(5%水溶液，20℃)为 20100–20200mPa·s，pH 值(2%水溶液)为 8–10.5；

埃洛石，主要以中空结构的纳米管状的形态存在与自然界中，是一种硅酸盐矿物，本发明所述的埃洛石粉，白度为 81，1400℃煅烧后白度>91，耐火度>1750℃，直径 0.1–0.4 μm，长度<0.5 μm；所述埃洛石粉，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 68.06–69.00%，SiO<sub>2</sub> 含量为 16.03–17.22%，K<sub>2</sub>O 含量为 1.07%，Na<sub>2</sub>O 含量为 10.06%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.77%；

所述分散剂，由三聚磷酸钠、六偏磷酸钠和焦磷酸钠组成，三聚磷酸钠、六偏磷酸钠和焦磷酸钠的质量比为 5:7:1；

所述植物提取物功能添加剂，包括植物提取物；所述植物提取物由草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物组成，比例为 5:1:1:2；

所述植物提取物功能添加剂的制备方法包括：

A、将木素溶解于氢氧化钠溶液中，搅拌 13min 混合均匀后加入冰醋酸，调节 pH 值 2，加入漆酶和木素过氧化酶，然后搅拌 5min，将温度升至 35℃，保温 10–20min；然后用冰醋酸调节 pH 值 2，加入乙二胺，在水浴中加热反应 100min；

B、反应完成后用氢氧化钠调节 pH 值至 4，按照质量比例加入植物提取物，采用搅拌器混合，并采用两次超声处理，分散均匀；所述第一次超声时间 20min，超声频率为 50KHz；所述第二次超声时间为 45min，二次超声频率为 100 KHz；

C、分散完成后加入硝酸铈铵，然后升温至 80℃，继续反应 60min，最后将反应物经过洗涤、提纯、真空干燥制得物提取物功能添加剂；

进一步的，所述木素的加入量为所述植物提取物功能添加剂质量的 12%；所述植物提取物的加入量为所述木素质量的 85%；所述漆酶的加入量为木素质量的 1. 3%；所述木素过氧化酶的加入量为木素质量的 1. 0%；

所酸铈铵的加入量为植物提取物的 1. 5%；

乙二胺的加入量为木素质量的 150%；

所述水浴温度为 65℃。

所述草珊瑚提取物，纤维含量≤5. 8%，异嗪皮啶含量为 2. 8%；

所述艾草提取物，黄棕色粉末，细度为 400 目，黄酮含量>28. 6%；

所述雪莲提取物，芸香甙含量 6. 3-12. 2%，雪莲内酯 0. 1-6. 8%，生物碱 0. 1-5. 0%，挥发油 2. 5%，多糖 8. 5-15. 6%；

所述海藻提取物，蛋白质 51. 4-58. 3%，海藻碘 2. 4-9. 6%，甘露醇 1. 0-10. 2%；

所述 CMC-Na，有效成分含量≥99. 2%，1%含水悬浮液的 pH 值为 8. 2；

所述 AGE 为烯丙基缩水甘油醚，CAS 号为 106-92-3，购自上海昊化化工有限公司。

本发明含有植物提取物的涤纶纤维的制备方法，主要包括以下步骤：

(1) 向有机酸盐中加入硫酸铬，在 95℃下搅拌 12min，降温到 50℃，开动分散机调整转速至 800rad/min，得组份 A。

(2) 混合研磨：取电石粉、六环石粉、埃洛石粉，放入砂磨机，启动砂磨机进行研磨，控制温度在 40℃以下，研磨至细度≤10 μm，加入 AGE、润湿剂分散 25min，得组份 B。

(3) 将分子量为 20 万以及以下的壳聚糖溶于水中，依次加入植物提取物功能添加剂、表面活性磷脂、塑化淀粉、CMC-Na 和总质量三分之一的防静电剂，将以上混合物进行红外-超声波处理，红外波长 3. 6 μm；超声波频率为 95KH，处理波时间 25min，得组份 C。

(4) 将涤纶聚酯切片加热至熔融状态，依次加入步骤(2)、(3) 和(1) 得到的物质组分 B、组分 C 和组分 A，混合，然后再依次缓慢加入分散剂和剩余的防静电剂，并以 1050-1100rad/min 转速搅拌 20min，经熔融纺丝方法制得本发明的含有植物提取物的涤纶纤维。

所述熔融纺丝，熔融纺丝的温度 272℃，侧吹风冷却风温 25℃，侧吹风风速为 0.6m/s，卷绕纺丝速度 4200m/min，牵伸倍率 4.3，可实现连续纺丝且无毛丝出现，并丝率为 0.0002%，硬丝率 0.0001%，具有较好的可纺性。

实施例 2-6，一种含植物提取物的涤纶纤维，其配方和制备方法与实施例 1 相同，区别仅在于以下配方的重量份不同，具体见表 1。

表 1

	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
涤纶聚酯切片	290	300	290	290	290
电石粉	3	4	5	3	4
六环石粉	4	6	0	4	4
埃洛石粉	3	5	0	3	3
植物提取物	11	12	11	11	11
有机酸盐	4	6	4	0	4
分散剂	6	8	6	0	6
表面活性磷脂	10	12	11	10	0

实施例 7 一种含植物提取物的涤纶纤维，其制备方法包括：

本发明实施例 7 的一种含植物提取物的涤纶纤维的配方及重量份如实施例 2 基本一致，区别仅在于制备方法，实施例 7 的制备方法如下，主要包括以下步骤：

(1) 向有机酸盐中加入硫酸铬，在 95℃下搅拌 12min，降温到 50℃，开动分散机调整转速至 800rad/min，得组份 A。

(2) 混合研磨：取电石粉、六环石粉、埃洛石粉，放入砂磨机，启动砂磨机进行研磨，控制温度在 40℃以下，研磨至细度≤10 μm，加入 AGE、润湿剂分散 25min，得组份 B。

(3) 将分子量为 20 万以及以下的壳聚糖溶于水中，依次加入植物提取物功能添加剂、表面活性磷脂、塑化淀粉、CMC-Na 和总质量三分之一的防静电剂，将以上混合物只进行超声波处理，超声波频率为 95KH；处理时间 25min，得组份 C。

(4) 将涤纶聚酯切片加热至熔融状态，依次加入步骤(2)、(3) 和(1) 得到的物质组分 B、组分 C 和组分 A，混合，然后再依次缓慢加入分散剂和剩余的防静电剂，并以 1050–1100rad/min 转速搅拌 20min，经熔融纺丝方法制得本发明的含有植物提取物的涤纶纤维。

所述熔融纺丝，熔融纺丝的温度 275℃，侧吹风冷却风温 25℃，侧吹风风速为 0.6m/s，卷绕纺丝速度 3160m/min，牵伸倍率 4.3，易出现毛丝，并丝率为 0.0015%，硬丝率 0.001%，可纺性比较差。

#### 实施例 1–7 的制备的含有植物提取物的涤纶纤维的效果指标

本发明实施例 1–7 的制备得到的含有植物提取物的涤纶纤维的效果指标，具体见表 2。

表 2：

	干热收缩率(%)	断裂强度(cN/dtex)	弹性模量(cN/dtex)	耐磨损(g)耗	阻燃性(s)	LOI 值(%)
实施例 1	2.6	6.2	94	0.001	1.1	58
实施例 2	2.1	7.5	98	0.001	0.8	65
实施例 3	2.7	6.6	98	0.002	1.2	57
实施例 4	2.5	6.8	76	0.02	1.1	61

实施例 5	2. 7	6. 4	60	0. 003	1. 4	56
实施例 6	2. 4	6. 2	72	0. 005	1. 0	57
实施例 7	3. 6	6. 7	95	0. 001	1. 0	53

备注：

阻燃性的测定方法采用总燃烧时间来衡量 (UL94, 垂直燃烧, 1.6mm);

LOI 值检测，采用《JISK7201—极限氧指数》标准检测；

由表 2 数据可以看出：本发明的一种含植物提取物的涤纶纤维，各项指标均达到涤纶纤维所要求的正常指标，与其他功能材料混合使用不会改变原产品性状；本发明得到的涤纶纤维，具有较合适的干热收缩率、断裂强度和弹性延伸率，耐磨性上均有较大的提高，无毒不燃，可有效控制火灾的蔓延，安全环保；上表可见，实施例 2 为最优先方案。

当然需要说明的是，本发明人针对该涤纶纤维制备过程中，各组分的添加量做了大量的试验和创造新的劳动，其中在表 2 中只是列举部分案例说明本发明所添加的成份及其含量是一种非常规的选择，该选择是发明人经过大量试验后，通过摸索总结选择得出具有非显而易见的结论，由于穷尽式的列举显然是不可能，因此，不在继续列举。综上所述，结合表 2 中综合整体效果来看，实施例 2 制备的涤纶纤维，其功能性是最佳的。

本发明制备的含有植物提取物的涤纶纤维，添加天然的植物提取物和其他功能性矿物质，因此制备的纤维还具有抗菌、释放负离子的功能，本发明实施例 1-6 制备的涤纶纤维制成的植物，具体检测结果见表 3

表 3

	驱螨率(%)	防霉 等级	对大肠杆菌抑 菌率 (%)	对金黄色葡萄 球菌抑菌率 (%)	负离子发生率 (%)
实施例 1	91. 5	1	98. 7	98. 5	86. 5

实施例 2	92. 1	0	99. 5	97. 8	94. 2
实施例 3	88. 6	1	99. 1	98. 3	85. 0
实施例 4	91. 2	1	98. 8	99. 9	83. 1
实施例 5	87. 7	1	99. 2	98. 1	84. 5
实施例 6	89. 5	2	97. 3	97. 2	84. 6
实施例 7	88. 4	1	98. 5	96. 4	85. 1

其中，抑菌率采用：GB/T20944. 3-2008 纺织品抗菌性能的方法检测：振荡法；防霉检测标准采用：GBT 24346-2009 纺织品 防霉性能的评价；驱螨率检测标准采用：GBT 24253-2009 纺织品 防螨性能的评价。

由表 3 可以看出，本发明实施例 1-7 制备的含有植物提取物的涤纶纤维，具有良好的抑菌抗菌性能，具有良好的驱螨性能，还具有良好的负离子发生持续性；综合表 2-3 的结果来看：

- (1) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，干热收缩率为 2. 1-3. 3%；
- (2) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，断裂强度为 6. 2-7. 5cN/dtex；
- (3) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，耐磨性能高，耐磨往复式试验机 2000 次损耗 0. 001-0. 002g/cm<sup>2</sup>；
- (4) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，防火性好，具有较强的阻燃性，总燃烧时间为 0. 8-1. 4s；LOI 值为 57-65%；
- (5) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，驱螨率为 88. 4-92. 1%；防霉等级 0-2 级；对大肠杆菌抑菌率 97. 3-99. 5%；对金黄色葡萄球菌抑菌率 96. 4-99. 9%；负离子发生持续均匀性较好；
- (6) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，负离子发生功效持久，持续均匀性得以提升，经过 50 次常规水洗后，其负氧离子发生率为原来的 83. 1-94. 2%。

需要特别指出的是，实施例 7 制备的含有植物提取物的涤纶纤维过程中，由于其只进行了超声处理，同时改变了纺丝工艺，其制备的含有植物提取物的涤纶纤维干热收缩率发生了较大的变化，这是本发明所未预料到的。

另外，本发明的含有植物提取物的涤纶纤维，外观上表面平整度更高，光泽性好，色牢度在 4 级以上，比市售同种类的含有植物提取物的涤纶纤维，具有良

好的水汽扩散性和吸湿性，冷凝物易排释，湿气、潮气易排出，容易晾干，日常穿着吸湿性好，舒适不产生静电。

发明人在试验中，发现本发明制备的含植物提取物的涤纶纤维的功能性特征，如防霉性、抗菌性等主要是由加入的植物提取物的含量决定的，为了进一步找出本发明中的涤纶的最佳含量，达到物理指标和功能性特征的平衡，发明人进行了更进一步的探索。采用实施例 2 的方法，只改变植物提取物中草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物的比例，试验该变化对制备的纤维的功能性的影响，具体见表 4

表 4

植物提取物中草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物的比例	驱螨率(%)	防霉等级	对大肠杆菌抑菌率 (%)	对金黄色葡萄球菌抑菌率 (%)
5:1:1:2 (实施例 2)	92.1	0	99.5	97.8
3:1:1:2	88.6	1	99.4	97.1
4:1:1:2	88.7	1	94.6	95.6
6:1:1:2	92.1	0	92.5	91.8
5:2:1:2	91.6	0	94.7	95.1
5:1:2:2	91.5	1	97.4	94.9
5:1:1:3	91.8	1	93.6	94.5

本发明人针对该涤纶纤维中的植物提取物含量做了大量的试验，其中在表 4 中只是列举部分案例说明本发明涤纶纤维中的植物提取物中草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物的特殊比例是一种非常规的选择，是发明人经过大量试验后，通过摸索总结选择得出的非显而易见的结论，综合整体效果来看，实施例 2 制备的涤纶纤维，其功能性是最佳的。

#### 实施例 1-7 制备的含有植物提取物的涤纶纤维的效果指标

将本发明的含有植物提取物的涤纶纤维织造成经纬 68D/24F FDY 全涤半光平纹织物，190T，采用国家标准《GBT30128-2013 纺织品负离子发生量的检测和评价》测定负离子发生量和高温耐受性能，具体见表 4。

表 5

	负离子发生量(个/cm <sup>3</sup> )	高温(100℃, 5h)处理后, 负离子发生量(个/cm <sup>3</sup> )
实施例 1	2579	2533
实施例 2	2645	2642
实施例 3	2621	2577
实施例 4	2594	2479
实施例 5	2615	2566
实施例 6	2642	2612
实施例 7	2638	1026

由表 5 中的数据可以看出:

- (1) 本发明的含有植物提取物的涤纶纤维, 能够有效释放负离子, 进而能够净化空气、浸润人体肌肤, 可以安定人的情绪, 增强人对疾病的抵抗力;
- (2) 采用本发明的制备方法得到的涤纶纤维, 经高温处理后, 不易改性, 不影响负离子的释放功效。

让人感到意外的是, 比较实施例 2 和 7 的数据可以看出, 在其他工艺基本一致的情况下, 特别是在电石粉的添加量一致的情况下, 实施例 7 制备的含有植物提取物的涤纶纤维制成的织物, 其负离子发生量在经过高温处理后, 下降明显。

### 实施例 8

本发明制备含植物提取物的涤纶纤维过程中, 植物提取物功能添加剂的制备对本发明尤为重要, 为了进一步说明相关技术方案的重要性, 发明人采用实施例 1-7 的方法, 只分别将实施例 1-7 中植物提取物功能添加剂直接替换为植物提取物, 在其他技术方案不变的情况下, 检测制备的含植物提取物的涤纶纤维的相关性能, 具体见表 6

表 6

	干热收缩率(%)	断裂强度(cN/dtex)	弹性模量(cN/dtex)	耐磨损(g)耗	阻燃性(s)
实施例 9	2.7	4.2	95	0.021	2.5
实施例 10	2.2	5.8	92	0.022	2.1
实施例 11	2.6	4.9	96	0.026	2.7
实施例 12	2.7	4.8	78	0.034	2.5
实施例 13	2.3	4.7	65	0.015	2.1
实施例 14	2.6	4.6	77	0.022	2.3
实施例 15	3.3	4.9	93	0.019	2.4

由表 6 可以看出，当发明人采用实施例 1-7 的方法，只分别将实施例 1-7 中植物提取物功能添加剂直接替换为植物提取物后，在其他制备工艺保持不变的情况下，制备的含植物提取物的涤纶纤维的断裂强度、耐磨损耗下降明显；制备的含植物提取物的涤纶纤维的干热收缩率、弹性模量和阻燃性能有一定程度的下降。总体来看，不采用植物提取物功能添加剂后，制备的涤纶纤维综合性能下降明显。

以上述依据本发明的理想实施例为启示，通过上述的说明内容，相关工作人员完全可以在不偏离本项发明技术思想的范围内，进行多样的变更以及修改。本项发明的技术性范围并不局限于说明书上的内容，必须要根据权利要求范围来确定其技术性范围。

## 权利要求书

1、一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于：

所述含有植物提取物的涤纶纤维，由以下原料组成：涤纶聚酯切片 280–300 份、电石粉 3–7 份、六环石粉 2–6 份、埃洛石粉 2–5 份、植物提取物功能添加剂 10–12 份、AGE8 份、有机酸盐 2–6 份、硫酸铬 0.2 份、分散剂 4–8 份、表面活性磷脂 9–12 份、塑化淀粉 8 份、壳聚糖 10 份、润湿剂 10 份、CMC–Na24 份和防静电剂 12 份。

2、根据权利要求 1 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于：

所述原料，由以下原料组成：所述含有植物提取物的涤纶纤维，由以下原料组成：涤纶聚酯切片 290 份、电石粉 3 份、六环石粉 4 份、埃洛石粉 3 份、植物提取物功能添加剂 11 份、AGE8 份、有机酸盐 4 份、硫酸铬 0.2 份、分散剂 6 份、表面活性磷脂 10 份、塑化淀粉 8 份、壳聚糖 10 份、润湿剂 10 份、CMC–Na24 份和防静电剂 12 份。

3、根据权利要求 2 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于，

所述植物提取物功能添加剂，包含植物提取物；所述植物提取物由草珊瑚提取物、艾草提取物、雪莲提取物、海藻提取物组成，比例为 5:1:1:2；

所述草珊瑚提取物，纤维含量≤5.8%，异嗪皮啶含量为 2.8%；

所述艾草提取物，黄棕色粉末，细度为 400 目，黄酮含量>28.6%；

所述雪莲提取物，芸香甙含量 6.3–12.2%，雪莲内酯 0.1–6.8%，生物碱 0.1–5.0%，挥发油 2.5%，多糖 8.5–15.6%；

所述海藻提取物，蛋白质 51.4–58.3%，海藻碘 2.4–9.6%，甘露醇 1.0–10.2%；

所述 CMC–Na，有效成分含量≥99.2%，1%含水悬浮液的 pH 值为 8.2。

4、根据权利要求 2 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于：所述植物提取物功能添加剂的制备方法，包括：

A、将木素溶解于氢氧化钠溶液中，搅拌 12–16min 混合均匀后加入冰醋酸，调节 pH 值 2–3，加入漆酶和木素过氧化酶，然后搅拌 3–8min，将温度升至 30–40℃，保温 10–20min；然后用冰醋酸调节 pH 值 1–2，加入乙二胺，在水浴中加热反应 100–150min；

B、反应完成后用氢氧化钠调节 pH 值至 4-5，按照质量比例加入植物提取物，采用搅拌器混合，并采用两次超声处理，分散均匀；所述第一次超声时间为 20-25min，超声频率为 50-100KHz；所述第二次超声时间为 45-60min，二次超声频率为 100-120 KHz；

C、分散完成后加入硝酸铈铵，然后升温至 80-85℃，继续反应 50-120min，最后将反应物经过洗涤、提纯、真空干燥制得植物提取物功能添加剂。

5、根据权利要求 4 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于：所述木素的加入量为所述植物提取物功能添加剂质量的 5-20%；所述植物提取物的加入量为所述木素质量的 70-120%；所述漆酶的加入量为木素质量的 1.3-1.5%；所述木素过氧化酶的加入量为木素质量的 0.7-1.5%；所述硝酸铈铵的加入量为所述植物提取物的 0.7-2.5%；所述乙二胺的加入量为木素质量的 150-200%；所述水浴温度为 65-75℃。

6、根据权利要求 2 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于，所述的有机酸盐由乙酰水杨酸钠、腐植酸钠和氨基葡萄糖酸锌组成，质量比为 3:1:4；

所述润湿剂为聚醚改性二甲基硅氧烷共聚体溶液，其质量百分浓度为 22%，溶剂为二甲苯；

所述表面活性磷脂，色泽<10，10%水溶液 pH 值为 5.0-7.2，固含量为 41.0 ± 1.2%；

所述埃洛石粉，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 68.06-69.00%，SiO<sub>2</sub> 含量为 16.03-17.22%，K<sub>2</sub>O 含量为 1.07%，Na<sub>2</sub>O 含量为 10.06%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.77%。

7、根据 1-6 任意一项权利要求所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于：所述纤维的制备方法包括：

(1) 向有机酸盐中加入硫酸铬，在 95℃下搅拌 12min，降温到 50℃，开动分散机调整转速至 800rad/min，得组份 A；

(2) 混合研磨：取电石粉、六环石粉、埃洛石粉，放入砂磨机，启动砂磨机进行研磨，控制温度在 40℃以下，研磨至细度≤10 μm，加入 AGE、润湿剂分散 25min，得组份 B；

(3) 将分子量为 20 万以及以下的壳聚糖溶于水中，依次加入植物提取物功能添加、表面活性磷脂、塑化淀粉、CMC-Na 和总质量三分之一的防静电剂，将以上混合物进行红外-超声波处理，处理波时间 25min，得组份 C；

(4) 将涤纶聚酯切片加热至熔融状态，依次加入组分 B、组分 C 和组分 A，混合，然后再依次缓慢加入分散剂和剩余的防静电剂，并以 1050–1100rad/min 转速搅拌 20min。

8、根据权利要求 7 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于，所述红外-超声波处理，红外波长为 3.6 μm，超声波频率为 95KH；所述红外-超声波处理时间 25min。

9、根据权利要求 7 所述的一种含植物提取物的涤纶纤维，其特征在于，所述熔融纺丝，熔融纺丝的温度 272℃，侧吹风风速为 0.6m/s，卷绕纺丝速度 4200m/min。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/CN2018/103019**

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

D01F 6/92(2006.01)i; D01F 1/10(2006.01)i; D01F 1/07(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

D01F6/00,D01F6/92,D01F1/00,D01F1/10,D01F1/07

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, WPI, CNPAT, CNKI: 聚酯, 纤维, 涤纶, 植物, 提取物, 草珊瑚, 艾草, 雪莲, 中药, 电石, 六环石, AGE, 有机酸盐, 硫酸铬, 表面活性磷脂, 淀粉, 壳聚糖, 羧甲基纤维素钠, 木素, 木质素, polyester, PET, yarn, fiber, plant, extract, lignin, dispersant, organic, starch, carbide, calcium, CMC

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 105239201 A (LU, SIYE) 13 January 2016 (2016-01-13) description, paragraphs [0006]-[0014]	1-9
Y	CN 102191585 A (HONG, WEI) 21 September 2011 (2011-09-21) claims 1-4	1-9
A	CN 102443866 A (SUZHOU RONGWEN FIBER PRODUCTS CO., LTD.) 09 May 2012 (2012-05-09) entire document	1-9
A	WO 2016068398 A1 (BBC BROWN BOVERI & CIE) 06 May 2016 (2016-05-06) entire document	1-9

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

- “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
- “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

**24 April 2019**

Date of mailing of the international search report

**21 May 2019**

Name and mailing address of the ISA/CN

**China National Intellectual Property Administration (ISA/CN)**  
**No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing 100088**  
**China**

Authorized officer

Faxsimile No. (86-10)62019451

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/CN2018/103019**

Patent document cited in search report		Publication date (day/month/year)		Patent family member(s)		Publication date (day/month/year)	
CN	105239201	A	13 January 2016	None			
CN	102191585	A	21 September 2011	None			
CN	102443866	A	09 May 2012	None			
WO	2016068398	A1	06 May 2016	CN	106998902	A	01 August 2017
				KR	20160050859	A	11 May 2016
				IN	201727015115	A	12 January 2018
				KR	101629650	B	13 June 2016

## 国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/103019

## A. 主题的分类

D01F 6/92(2006.01)i; D01F 1/10(2006.01)i; D01F 1/07(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

## B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

D01F6/00, D01F6/92, D01F1/00, D01F1/10, D01F1/07

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

EPDOC, WPI, CNPAT, CNKI:聚酯, 纤维, 涤纶, 植物, 提取物, 草珊瑚, 艾草, 雪莲, 中药, 电石, 六环石, AGE, 有机酸盐, 硫酸铬, 表面活性磷脂, 淀粉, 壳聚糖, 羟甲基纤维素钠, 木素, 木质素, polyester, PET, yarn, fiber, plant, extract, lignin, dispersant, organic, starch, carbide, calcium, CMC

## C. 相关文件

类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN 105239201 A (陆思烨) 2016年 1月 13日 (2016 - 01 - 13) 说明书第0006-0014段	1-9
Y	CN 102191585 A (洪伟) 2011年 9月 21日 (2011 - 09 - 21) 权利要求1-4	1-9
A	CN 102443866 A (太仓荣文合成纤维有限公司) 2012年 5月 9日 (2012 - 05 - 09) 全文	1-9
A	WO 2016068398 A1 (BBC BROWN BOVERI & CIE) 2016年 5月 6日 (2016 - 05 - 06) 全文	1-9

 其余文件在C栏的续页中列出。 见同族专利附件。

\* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&amp;” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2019年 4月 24日

国际检索报告邮寄日期

2019年 5月 21日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局(ISA/CN)

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

受权官员

张晓丹

电话号码 86- (10) -53962237

国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号  
PCT/CN2018/103019

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利		公布日 (年/月/日)	
CN	105239201	A	2016年 1月 13日	无			
CN	102191585	A	2011年 9月 21日	无			
CN	102443866	A	2012年 5月 9日	无			
WO	2016068398	A1	2016年 5月 6日	CN	106998902	A	2017年 8月 1日
				KR	20160050859	A	2016年 5月 11日
				IN	201727015115	A	2018年 1月 12日
				KR	101629650	B	2016年 6月 13日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)