

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200610044596.0

[51] Int. Cl.

*D01F 8/02 (2006.01)*

*D01D 5/00 (2006.01)*

*D01F 9/04 (2006.01)*

[45] 授权公告日 2008年9月3日

[11] 授权公告号 CN 100415960C

[22] 申请日 2006.5.29

[21] 申请号 200610044596.0

[73] 专利权人 山东海龙股份有限公司

地址 261100 山东省潍坊市寒亭区海龙路  
555号

[72] 发明人 田素峰 刘海洋 王乐军

[56] 参考文献

US5622666A 1997.4.22

US4063558A 1977.12.20

CN1544727A 2004.11.10

CN1696361A 2005.11.16

US6344077B1 2002.2.5

海藻酸盐纤维的制备及其性能研究. 刘洪  
斌, 王永跃, 肖长发. 天津工业大学学报, 第  
24卷第3期. 2005

溶剂法生产纤维素纤维. 魏虹玢, 渠少  
林, 魏良, 杜美香. 机械管理开发, 第2期.  
2001

纤维素与甲壳素共混溶液的流变性质. 张  
鸿, 韩铁民, 杨大伟, 林福海. 大连轻工业学院  
学报, 第20卷第3期. 2001

审查员 邵苏秀

[74] 专利代理机构 潍坊正信专利事务所

代理人 张曰俊

权利要求书1页 说明书5页

[54] 发明名称

纤维素/海藻酸盐复合纤维及其制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种纤维素/海藻酸盐复合纤维,也公开了制备该复合纤维的方法,其主要技术要点是,首先在一定工艺条件下制得海藻酸钠粘性溶液,然后将该溶液按照一定的比例与纤维素黄酸酯混合制得纺丝原液,再经过纺丝和精炼步骤制得纤维素/海藻酸盐复合纤维。所述海藻酸复合纤维主要由纤维素和海藻酸钠按照下述重量份组成,纤维素99.8~85重量份;海藻酸钠0.02~15重量份。该复合纤维不仅具有高吸湿性,能够促进皮肤炎症的愈合,而且物理机械性能有了显著地提高。采用该复合纤维制得的织物,手感饱满,吸水性强,同时湿态下强度高,织物尺寸稳定性好,不仅适合于医疗卫生领域,而且也特别适合用做各种贴身内衣、儿童服装及高档服饰。

1、制备纤维素/海藻酸盐复合纤维的方法，其特征在于包括如下步骤，

a) 在 18~75℃ 的温度条件下，按照重量比 1: 15~120 的比例将海藻酸钠溶解于去离子水中，再按相对于海藻酸钠 0.2%~2% 的比例加入 0.01~0.5mol/l 的 NaCl 或 KCl 溶液，经过 4~24 小时的连续搅拌，得到粘度为 5~15Pa. S 的粘性溶液；并在所述粘性溶液中按相对于海藻酸钠 0.2~5% 的比例混入芦荟凝胶；

b) 在 35℃、36℃、38℃ 或 39℃ 的温度条件下，将纤维素浆粕经 200~300g/l 的 NaOH 溶液碱化 0.4~4 小时，生成碱纤维素，20~45℃ 下老成 0.3~16 小时，得到含纤维素 25~35% 的碱纤维素，再加入相对于纤维素 35~65% 的 CS<sub>2</sub> 反应 2~6 小时，得到纤维素黄酸酯；

c) 将所述纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的 0.2%~10% 的海藻酸钠的溶液充分混合，搅拌 4 小时后得到纺丝原液；

d) 将所述纺丝原液经喷丝头压入 25~50℃ 的凝固浴中，经过牵伸，海藻酸钠和纤维素黄酸酯凝固再生为海藻酸钠和纤维素组成的复合纤维；所述凝固浴由 30~100g/lH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0~80g/lZnSO<sub>4</sub> 或 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 和 80~400g/lNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 组成；

e) 经精练处理，彻底洗除纤维中的各种杂质，再经过烘干后即得到成品纤维。

2、如权利要求 1 所述的纤维素/海藻酸盐复合纤维的制备方法，其特征在于：所述纤维素浆粕的聚合度是 500~1200，海藻酸钠的聚合度是 300~800。

3、如权利要求 2 所述的纤维素/海藻酸盐复合纤维的制备方法，其特征在于：所述的牵伸步骤是复合纤维进入凝固浴后的喷头牵伸、盘间牵伸、三浴牵伸、四浴牵伸，总牵伸比为 50~600%。

## 纤维素/海藻酸盐复合纤维及其制备方法

### 技术领域

本发明涉及人造纤维素纤维技术领域，尤其涉及一种由纤维素和海藻酸盐为主要原料的复合纤维，本发明还涉及纤维素/海藻酸盐复合纤维的制备方法。

### 背景技术

海藻酸盐是一种由 $\beta$ -D 甘露糖醛酸盐和 $\alpha$ -L 古罗糖醛酸盐(1 $\rightarrow$ 4)连接的线性共聚物组成的天然高分子物。海藻酸盐在医疗卫生上的应用起源于“湿法疗法”的发明，海藻酸盐能与伤口分泌物相互作用生成湿的凝胶，在伤口原位上产生湿治疗环境，从而促进伤口愈合，加快由于皮肤炎症、癣症以及过敏反应引起的炎症愈合。同时海藻酸盐具有很高的吸湿性，因而特别适合于医疗卫生领域，对人体健康保护起着重要的作用。

中国专利申请 CN1297957 公开了一种羧甲基壳聚糖和海藻酸共混膜或纤维的制备方法，其制造方法是将羧甲基壳聚糖水溶液和海藻酸钠水溶液共混，经刮膜或拉丝得到共混膜或纤维，再将此膜或纤维用 $\text{CaCl}_2$ 水溶液处理，清洗后再用 $\text{HCl}$ 水溶液中再生，洗净干燥后所得的产品。中国专利申请 CN1687496 公开了一种海藻酸钠/大豆分离蛋白共混纤维及其制备方法，其制造方法是将原料海藻酸钠溶于纯水，大豆分离蛋白溶于强碱水溶液中，将两种溶液按混合，在凝固液中通过溶液纺丝法制备海藻酸钠/大豆分离蛋白纤维。中国专利申请 CN1687498 公开了一种海藻酸钠/明胶共混纤维及其制备方法，其制造方法是将海藻酸钠溶于水，将明胶溶于水，将两种溶液混合，在凝固液中以溶液纺丝法制备海藻酸钠/明胶共混纤维。

上述海藻酸纤维的制备多是采用与非海藻酸高聚物共纺丝的方法，但由于海藻酸钠混入了其他高聚物成份，所得最终成品纤维的物理机械性能均较差，纤维强力、伸度均较低，其应用仅局限于某些特定领域，大大限制了该种纤维的应用范围。

### 发明内容

本发明所要解决的第一个技术问题是：提供一种纤维素/海藻酸盐复合纤

维，以解决公知的海藻纤维物理机械性能差，纤维强伸度低的问题。

本发明所要解决的第二个技术问题是：提供一种制备纤维素/海藻酸盐复合纤维的方法。

为解决上述第一个技术问题，本发明的技术方案是：所述海藻酸复合纤维主要由纤维素和海藻酸钠按照下述重量份组成，

纤维素 99.8~85 重量份；

海藻酸钠 0.02~15 重量份。

作为同一种构思，为解决上述第二个技术问题，本发明的技术方案是：纤维素/海藻酸盐复合纤维的制备方法，包括如下步骤，

a) 在 18~75℃ 的温度条件下，按照重量比 1: 15~120 的比例将海藻酸钠溶解于去离子水中，再按相对于海藻酸钠 0.2%~2% 的比例加入 0.01~0.5mol/l 的 NaCl 或 KCl 溶液，经过 4~24 小时的连续搅拌，得到粘度为 5~15Pa. S 的粘性溶液；并在所述粘性溶液中按相对于海藻酸钠 0.2~5% 的比例混入芦荟凝胶；

b) 在 35℃、36℃、38℃ 或 39℃ 的温度条件下，将纤维素浆粕经 200~300g/l 的 NaOH 溶液碱化 0.4~4 小时，生成碱纤维素，20~45℃ 下老成 0.3~16 小时，得到含纤维素 25~35% 的碱纤维素，再加入相对于纤维素 35~65% 的 CS<sub>2</sub> 反应 2~6 小时，得到纤维素黄酸酯；

c) 将所述纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的 0.2%~10% 的海藻酸钠的溶液充分混合，搅拌 4 小时后得到纺丝原液；

d) 将所述纺丝原液经喷丝头压入 25~50℃ 的凝固浴中，经过牵伸，海藻酸钠和纤维素黄酸酯凝固再生为海藻酸钠和纤维素组成的复合纤维；所述凝固浴由 30~100g/lH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0~80g/lZnSO<sub>4</sub> 或 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 和 80~400g/lNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 组成；

e) 经精练处理，彻底洗除纤维中的各种杂质，再经过烘干后即得到成品纤维。

由于采用了上述技术方案，在常规的粘胶纤维生产设备上，通过适当调整工艺条件和工艺设备就可生产出纤维素/海藻酸盐复合纤维。该复合纤维中的海藻酸盐成份，使该复合纤维具有高吸湿性和促进伤口愈合的特点，能够促进由于感染或过敏性反应造成的皮肤炎症的愈合。复合纤维中的纤维素成份，使最

终成品纤维的物理机械性能以及纤维的强伸度均有较大提高，其物理机械性能指标与相当品种的纤维素纤维相近，因而扩大了该种纤维的应用范围。该复合纤维在制备过程中经过多次水洗，其中的海藻酸成分仍具有较强的水洗稳定性。采用该纤维素/海藻酸盐复合纤维制得的织物，手感饱满，吸水性强，同时湿态下强度高，织物尺寸稳定性好，不仅适合于医疗卫生领域，如纱布、绷带、医用敷料、手术衣等，而且也特别适合用做各种贴身内衣、儿童服装及高档服饰。

具体实施方式

#### 实施例 1

取 1 份聚合度 579 的海藻酸钠用 50 份软化水在 60℃ 下溶解，再按相对于海藻酸钠 0.3% 的比例加入 0.02mol/l NaCl 溶液，并按照相对于海藻酸钠 1%（重量百分比）的比例加入芦荟凝胶，经 12 小时的连续搅拌，得到粘度为 10Pa. S 的粘性溶液。

35℃ 下，将聚合度为 600 的棉浆粕经 238g/l 的 NaOH 溶液碱化 2 小时，生成碱纤维素，30℃ 下老成 5 小时，得到含纤维素 29%（重量百分比）的碱纤维素；再加入相当于纤维素含量的 46%（重量百分比）的 CS<sub>2</sub> 反应 4 小时，得到纤维素黄酸酯。

将纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的 4.9%（重量百分比）的海藻酸钠的溶液充分混合，搅拌 4 小时后得到纺丝原液。

将上述纺丝原液经喷丝头压入 35℃ 的凝固浴中，凝固浴组成为 80g/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，5.8g/l ZnSO<sub>4</sub>，160g/l Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，所述的牵伸步骤是复合纤维长丝进入凝固浴后的喷头牵伸、盘间牵伸、三浴牵伸、四浴牵伸，丝条经牵伸 260% 后，经过各种浴液进行精练处理，彻底洗除纤维中的各种杂质，再经过烘干后即得到成品纤维。

由上述方法制得的纤维素/海藻酸盐复合短纤维，干强力为 3.85cN/dtex，湿强 2.65cN/dtex，干伸度 16.8%，湿模量 0.49 cN/dtex。

#### 实施例 2

取 1 份聚合度 538 的海藻酸钠用 60 份软化水在 50℃ 下溶解，再按相对于海藻酸钠 0.2% 的比例加入 0.01mol/l NaCl 溶液，并按照相对于海藻酸钠 0.5%（重

量百分比)的比例加入芦荟凝胶,经16小时的连续搅拌,得到粘度为9.6Pa.S的粘性溶液。

38℃下,将聚合度为590的木浆粕经240g/l的NaOH溶液碱化2小时,生成碱纤维素,30℃下老成3小时,得到含纤维素29%的碱纤维素,再加入相对于纤维素48%(重量百分比)的CS<sub>2</sub>反应3小时,得到纤维素黄酸酯。

将纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的3.8%(重量百分比)的海藻酸钠的溶液充分混合,搅拌3小时后得到纺丝原液。

将上述纺丝原液经喷丝头压入46℃的凝固浴中,凝固浴组成为90g/lH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,9.8g/lZnSO<sub>4</sub>,160g/lNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,所述的牵伸步骤是复合纤维长丝进入凝固浴后的喷头牵伸、盘间牵伸、三浴牵伸、四浴牵伸,丝条经牵伸200%后,经过各种溶液进行精练处理,彻底洗除纤维中的各种杂质,再经过烘干后即得到成品纤维。

制得的纤维素/海藻酸盐复合纤维,干强力为3.55cN/dtex,湿强2.05cN/dtex,干伸度13.8%,湿模量0.52cN/dtex。

### 实施例3

取1份聚合度568的海藻酸钠用50份软化水在49℃下溶解,再按相对于海藻酸钠0.3%的比例加入0.02mol/lNaCl溶液,并按照相对于海藻酸钠0.3%(重量百分比)的比例加入芦荟凝胶,经9小时的连续搅拌,得到粘度为10.6Pa.S的粘性溶液。

在39℃下,聚合度为690的竹浆经240g/l的NaOH溶液碱化4小时,生成碱纤维素,30℃下老成2小时,得到含纤维素29.6%的碱纤维素,再加入相对于纤维素40%(重量百分比)的CS<sub>2</sub>反应5小时,得到纤维素黄酸酯。

将纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的3.9%(重量百分比)的海藻酸钠的溶液充分混合,搅拌4小时后得到纺丝原液。

将上述纺丝原液经喷丝头压入49℃的凝固浴中,凝固浴组成为75g/lH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,9.0g/lAl<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>,390g/lNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,所述的牵伸步骤是复合纤维长丝进入凝固浴后的喷头牵伸、盘间牵伸、三浴牵伸、四浴牵伸,丝条经牵伸230%后,经过各种溶液进行精练处理,彻底洗除纤维中的各种杂质,再经过烘干后

即得到成品纤维。

制得的纤维素/海藻酸盐复合纤维，干强力为 3.25cN/dtex, 湿强 2.09cN/dtex, 干伸度 10.8%, 湿模量 0.52 cN/dtex。

#### 实施例 4

取 1 份聚合度 668 的海藻酸钠用 50 份软化水在 50℃下溶解，再按相对于海藻酸钠 0.4%的比例，加入 0.04mol/l NaCl 溶液，并按照相对于海藻酸钠 0.4%（重量百分比）的比例加入芦荟凝胶，经 8 小时的连续搅拌，得到粘度为 9.6Pa. S 的粘性溶液。

在 36℃下，聚合度为 890 的蔗浆经 240g/l NaOH 溶液碱化 4 小时，生成碱纤维素，35℃下老成 6 小时，得到含纤维素 29.9%的碱纤维素，再加入相对于纤维素 46%（重量百分比）的 CS<sub>2</sub> 反应 6 小时，得到纤维素黄酸酯。

将纤维素黄酸酯与相当于纤维素含量的 4.9%（重量百分比）的海藻酸钠的溶液充分混合，搅拌 4 小时后得到纺丝原液。

将上述纺丝原液经喷丝头压入 35℃的凝固浴中，凝固浴组成为 75g/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10.0 g/l Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, 380g/l Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 所述的牵伸步骤是复合纤维长丝进入凝固浴后的喷头牵伸、盘间牵伸、三浴牵伸、四浴牵伸，丝条经牵伸 230% 后，经过各种浴液进行精练处理，彻底洗除纤维中的各种杂质，再经过烘干后即得到成品纤维。

制得的纤维素/海藻酸盐复合纤维，干强力为 3.33cN/dtex, 湿强 2.01cN/dtex, 干伸度 10.9%, 湿模量 0.48 cN/dtex。