



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114214765 A

(43) 申请公布日 2022.03.22

(21) 申请号 202111537585.7

C09K 11/59 (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.15

(71) 申请人 苏州大学

地址 215000 江苏省苏州市吴中区石湖西路188号

(72) 发明人 刘宇清 张叶轲 方剑 张克勤

(74) 专利代理机构 苏州市中南伟业知识产权代理事务所(普通合伙) 32257

代理人 王玉仙

(51) Int. Cl.

D02G 3/44 (2006.01)

D02G 3/04 (2006.01)

D01D 5/00 (2006.01)

D01F 2/08 (2006.01)

C09K 11/64 (2006.01)

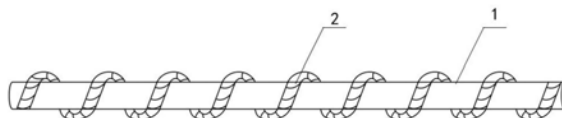
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种双组分复合光致发光纱线的制备方法及其应用

(57) 摘要

本发明涉及一种双组分复合光致发光纱线,将至少一种长余辉材料和纤维素溶解,经脱泡得到纺丝液,进行静电纺丝得到纳米光致发光纤维素纤网;将棉进行干法成网或湿法成网得到棉纤网;最后将两种纤网制成纱线后进行赛络菲尔纺,得到双组分复合光致发光纱线。本发明的双组分复合光致发光纱线发光效果稳定,机械性能优良,可减少长余辉材料的使用量,绿色环保,可实现棉材料的防伪,检测方法简便高效。



1. 一种双组分复合光致发光纱线的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将至少一种长余辉材料和纤维素溶解,经脱泡得到纺丝液,对所述纺丝液进行静电纺丝,得到纳米光致发光纤维素纤网;

将棉制成棉纤网;

(2) 将所述纳米光致发光纤维素纤网和所述棉纤网分别进行集束牵伸,对得到的纳米光致发光纤维素纱线和棉纱线进行赛络菲尔纺,得到所述双组分复合光致发光纱线。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:在步骤(1)中,静电纺丝的电压为15-30kV,接收距离为10-22cm,挤出速度为0.1-3ml/h。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:在步骤(1)中,所述长余辉材料的质量为纳米光致发光纤维素纤网质量的2-10%,纤维素的质量为纳米光致发光纤维素纤网质量的89-97%。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:在步骤(1)中,所述长余辉材料包括基质材料、基质离子、激活离子和共激活离子;所述基质材料为由铝酸盐、硅酸盐或钛酸盐作为模板吸附基质离子形成的材料中的一种或几种;所述基质离子为碱土金属离子;所述激活离子为 Eu^{3+} 和/或 Mn^{2+} ,共激活离子为 Mn^{2+} 、 Dy^{3+} 、 Pr^{3+} 和 Nd^{3+} 中的一种或几种。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于:所述碱土金属离子为 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 和 Ba^{2+} 中的一种或几种。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:在步骤(1)中,脱泡前还包括分散的步骤,所述的分散是将含有长余辉材料和纤维素的溶液以转速为500-1000rpm、温度为25-100℃搅拌2-12h,再超声分散0.5-2h。

7. 根据权利要求1所述的双组分复合光致发光纱线,其特征在于:在步骤(2)中,所述纳米光致发光纤维素纱线的质量为双组分复合光致发光纱线总质量的4%-8%。

8. 权利要求1-7任一项所述的制备方法制备得到的双组分复合光致发光纱线。

9. 权利要求8所述的双组分复合光致发光纱线在防伪检测或信息追踪中的应用。

10. 根据权利要求9所述的应用,其特征在于:对所述双组分复合光致发光纱线进行光照,若移除光源后纱线的发光情况正确,再测定其含有的基质离子种类以及含量,根据发光情况和/或基质离子种类以及含量鉴别真伪。

一种双组分复合光致发光纱线的制备方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及纳米纤维制备技术领域,尤其涉及一种双组分复合光致发光纱线的制备方法及其应用。

背景技术

[0002] 光致发光材料是指在紫外光、可见光或红外光激发下,发光中心吸收激发光辐射的能量,发生电子跃迁而产生可见光的材料。随着科技的发展和人类需求的扩大,一些光致发光材料与纺丝工艺相结合制成光致发光纤维、光致发光纱线并以此为基础制成新型智能纺织品,或利用光致发光纤维或纱线的性质用在防伪、人体健康检测器、航空航天以及气体传感器等领域。而光致发光材料又分为荧光粉材料、长余辉发光材料以及上转化发光材料。长余辉发光材料能够储存光源辐射的能量,并在一定温度下以可见光的形式释放出来,时长可达数小时甚至数天。长余辉发光材料包括了基质材料、基质离子、激活离子和共激活离子,激活离子和共激活离子都属于掺杂离子,目前使用较多的掺杂离子均为稀土离子,一般激活离子是作为长余辉材料的发光中心,存在共激活离子时,共激活离子一般是作为其他发光中心或者辅助激活剂而存在。

[0003] 目前有研究人员对光致发光材料和静电纺丝等进行了相关研究。如专利CN201711192104.7提供了一种长余辉发光纤维素的制备方法,以铝酸盐为发光体系,利用纳米二氧化硅以及氨基硅烷进行接枝改性,再利用氢键与纤维素表面的集团进行吸附,但是存在吸附不稳定的问题,导致产品可能在一定外力作用下受到破坏,导致发光体系不稳定甚至无法发光的问题;专利CN201910913013.0公开了一种光致发光纤维,其以量子点为发光体系,以高聚物为主体,利用离心纺丝制备得到光致发光纤维,但是离心纺丝制备得到的纤维细度和均匀性不太理想,并且有溶剂残留等问题;专利CN202010041718.0公开了一种利用静电纺丝制备发光膜的方法,其以静电纺丝为方法,将长余辉粒子混入高聚物溶液中进行纺丝,但是其高分子溶液中混入了大量溶剂,造成环境污染问题。因此,仍需寻找一种发光体系稳定、绿色环保的光致发光纤维。

发明内容

[0004] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种双组分复合光致发光纱线,发光时间长、可吸收多种光源、发光体系稳定,纤维细度和均匀度较好,所用原料环保均可降解,制备得到的纱线兼顾了机械性能以及防伪应用。

[0005] 本发明的第一个目的是提供一种双组分复合光致发光纱线的制备方法,包括以下步骤:

[0006] (1) 将长余辉材料和纤维素溶解并分散均匀,经过滤脱泡得到纺丝液,对纺丝液进行静电纺丝,得到纳米光致发光纤维素纤网;

[0007] 将棉制成棉纤网;

[0008] (2) 将纳米光致发光纤维素纤网和棉纤网分别进行集束牵伸,对得到的纳米光致

发光纤维素纱线和棉纱线进行赛络菲尔纺,得到双组分复合光致发光纱线。

[0009] 进一步地,在步骤(1)中,用N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)溶解长余辉材料或纤维素,其制备成的纺丝液用于静电纺丝得到的纤网细度均匀,可稳定负载长余辉材料,且不会引入其他离子产生干扰。本领域技术人员可以理解,可以采用其他溶剂同时溶解长余辉材料和纤维素,均属于对本发明做出的常规替换。

[0010] 进一步地,在步骤(1)中,静电纺丝的电压为15-30kV,接收距离为10-22cm,挤出速度为0.1-3ml/h。

[0011] 进一步地,在步骤(1)中,先将含有长余辉材料和纤维素的溶液以转速为500-1000rpm、温度为25-100℃搅拌2-12h,再超声分散0.5-2h,经脱泡得到纺丝液。

[0012] 进一步地,在步骤(1)中,通过干法成网或湿法成网将棉制成棉纤网。

[0013] 进一步地,集束牵伸时将棉纤网经过喇叭口和大压辊使其分成两股须条,再将两股须条加捻得到一股棉纱线,纳米光致发光纤维素纤网经过集束牵伸得到一股纳米光致发光纤维素纱线,将纳米光致发光纤维素纱线与棉纱线进行加捻。

[0014] 进一步地,

[0015] 在步骤(1)中,长余辉材料的质量为纳米光致发光纤维素纤网质量的2-10%,纤维素的质量为纳米光致发光纤维素纤网质量的89-87%。

[0016] 在步骤(2)中,纳米光致发光纤维素纱线的质量为双组分复合光致发光纱线总质量的4%-8%。

[0017] 因此,长余辉材料占双组分复合光致发光纱线总质量的0.1%-0.8%。因所用纤维素和棉材料本身是不透明的,本发明得到的双组分复合光致发光纱线也是不透明的,所以当长余辉材料用量过少时(低于0.1%)会影响检测效果,而当长余辉材料用量过多时(高于0.8%)会影响静电纺丝纤网的成型。

[0018] 进一步地,本发明中可采用一种或者多种长余辉材料,长余辉材料包括基质材料、基质离子、激活离子和共激活离子;其中,基质材料为由铝酸盐、硅酸盐或钛酸盐作为模板吸附基质离子形成的材料中的一种或几种;基质离子为碱土金属离子;激活离子为 Eu^{3+} 和/或 Mn^{2+} ,共激活离子为 Mn^{2+} 、 Dy^{3+} 、 Pr^{3+} 和 Nd^{3+} 中的一种或几种。碱土金属离子包括 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 和 Ba^{2+} 等。

[0019] 本发明的双组分复合光致发光纱线在防伪检测、信息追踪等方面有广泛应用,防伪效果好且不易察觉,同时节省了测定离子种类和含量的时间和成本,鉴别效率更高。具体地,

[0020] (1) 加密步骤:根据所用到的离子的种类和含量对该双组分复合光致发光纱线进行加密,发出加密信息(加密信息可以为多种形式,比如,将所用到的离子种类进行编号,再按含量从大到小进行排序编号,可以得到一串数字即为加密信息);

[0021] (2) 解密和鉴定:先用光源照射所获得的纱线或织物,由于长余辉材料的特性,若移除光源后纱线不发光或发光情况与所用的长余辉材料不符则必为假纱线,若移除光源后纱线的发光情况与所用长余辉材料相符,再对获得的纱线或织物进行测定其中离子的种类和含量。

[0022] 借由上述方案,本发明至少具有以下优点:

[0023] (1) 本发明将长余辉材料混入静电纺丝液中,得到的纱线发光时间长、可吸收多种

光源,最重要的是,使长余辉材料稳定存在于细度较均匀的纳米纤维中,避免了长余辉材料在使用过程中的损失或因外力造成的破坏,发光效果稳定。

[0024] (2) 本发明将静电纺丝工艺用在含有发光材料的纤维素载体中也是本发明技术上的一大创新,纤维素直接进行静电纺丝形成的纳米纤维强度低,无法直接用于棉纺织领域,本发明在解决了这一问题的基础上,兼顾了和整个棉纺织体系的兼容性和适应性。这种双防伪方式不仅可为市场上用量较大的棉纤维材料提供一种较为简便的防伪策略,也为纤维素类纤维提供了一种新的防伪技术。本发明的制备方法也可以扩展到棉纤维之外的其他纤维中,应用潜力巨大。

[0025] (3) 本发明将含有长余辉材料的纳米纤维集束牵伸再与棉纱线通过赛络菲尔纺混合,使得该纱线具有较好的机械性能、耐用性的同时,又具有光致发光的效果。本发明将纳米纤维与赛络菲尔纺技术结合的同时引入长余辉材料和元素追踪技术,是本发明的又一创新,使产品的自身性能与应用均得到优化。

[0026] (4) 本发明中,由于材料自身的结构不同,可以根据材料的不同搭配特定赛络菲尔纺结构设计出独特的花型,兼具美感与个性,同时辅助防伪。

[0027] (5) 本发明所使用的原料均为环保型材料,避免了环境污染问题。

[0028] 上述说明仅是本发明技术方案的概述,为了能够更清楚了解本发明的技术手段,并可依照说明书的内容予以实施,以下以本发明的较佳实施例并配合详细附图说明如后。

附图说明

[0029] 为了使本发明的内容更容易被清楚的理解,下面根据本发明的具体实施例并结合附图,对本发明作进一步详细的说明。

[0030] 图1为集束牵伸后的棉纱线与集束牵伸后的纳米光致发光纤维素纱线的一种加捻结构说明书附图标记说明:1、纳米光致发光纤维素纱线;2、棉纱线。

具体实施方式

[0031] 下面结合附图和具体实施例对本发明作进一步说明,以使本领域的技术人员可以更好地理解本发明并能予以实施,但所举实施例不作为对本发明的限定。

[0032] 实施例1

[0033] (1) 将950份重量的棉进行开清梳干法成网制得棉纤网,再将棉纤网经过喇叭口和大压辊使其汇聚成两份须条;

[0034] (2) 将 Eu^{3+} 作为激活离子与 Dy^{3+} 共激活的 SrAl_2O_4 作为长余辉发光材料和50份重量的纤维素加入1000份重量的溶剂N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)中形成纤维素质量分数为5%的纤维素溶液,其中 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Sr^{2+} 与纤维素的质量比为1:12.5,并在磁力搅拌机上以转速为1000rpm、温度为 40°C 、时间为3h的参数进行磁力搅拌使其分散溶解,再在超声分散机上超声分散30min,然后经过过滤脱泡8h得到纺丝液;

[0035] (3) 将步骤(2)的纺丝液注入静电纺丝注射器中,以电压为20kV,接收距离为15cm,挤出速度为2ml/h的参数进行静电纺丝,得到光致发光纤维,再将该纤维层进行集束牵伸得到一束纳米光致发光纤维素纱线(其中,长余辉材料占纳米光致发光纤维素纱线质量的8%,纤维素占纳米光致发光纤维素纱线质量的91%);

[0036] (4) 将步骤(1)中两份须条在赛络菲尔纺纱机上先进行加捻成单一纱线,然后再与步骤(3)中得到的一束纳米光致发光纤维素纱线进行加捻形成双组分光致发光纱线(其中,纳米光致发光纤维素纱线的质量为双组分复合光致发光纱线总质量的5%),其中发光材料 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Sr^{2+} 占所述的双组分光致发光纱线质量的0.398%。

[0037] 在纱线制作完成后进行加密,加密步骤如下:本实施例采用的金属离子种类为 Sr^{2+} 、 Eu^{3+} 与 Dy^{3+} ,主要进行防伪所用到的金属离子为 Sr^{2+} ,其含量为所述的双组分光致发光纱线质量的0.398%,以此为基础对防伪纱线进行加密并发出加密信息。

[0038] 对本实施例制备得到的纱线后对其进行鉴定,解密和鉴定步骤如下:先用光源去照射所获得的纱线,若移除光源后纱线不发光或者发出的不是绿光,则获得的纱线非本实施例制备得到的纱线;若移除光源后纱线发出绿光,再对该纱线进行 Sr^{2+} 金属离子进行鉴定并确定其含量与获得的加密信息进行对比,鉴定得到的结果与加密信息相同则为真纱线,否则为假纱线。

[0039] 实施例2

[0040] (1) 将940份重量的棉进行开清梳干法成网制得棉纤网,再将棉纤网经过喇叭口和大压辊使其汇聚成两份须条;

[0041] (2) 将 Eu^{3+} 作为激活离子与 Dy^{3+} 共激活的 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ 作为长余辉发光材料和60份重量的纤维素加入1000份重量的溶剂N,N-二甲基甲酰胺(DMF)中形成纤维素质量分数为6%的纤维素溶液,其中 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 与纤维素的质量比为2.31:0.69:50,并在磁力搅拌机上以转速为800rpm、温度为60℃、时间为4h的参数进行磁力搅拌使其分散溶解,再在超声分散机上超声分散1h,然后经过过滤脱泡8h得到纺丝液;

[0042] (3) 将步骤(2)的纺丝液注入静电纺丝注射器中,以电压为30kV,接收距离为20cm,挤出速度为1ml/h的参数进行静电纺丝,得到光致发光纤维,再将该纤维层进行集束牵伸得到一束纳米光致发光纤维素纱线(其中,长余辉材料占纳米光致发光纤维素纱线质量的6%,纤维素占纳米光致发光纤维素纱线质量的93%);

[0043] (4) 将步骤(1)中两份须条在赛络菲尔纺纱机上先进行加捻成单一纱线,然后再与步骤(3)中得到的一束纳米光致发光纤维素纱线进行加捻形成双组分光致发光纱线(其中,纳米光致发光纤维素纱线的质量为双组分复合光致发光纱线总质量的6%),其中发光材料 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 分别占所述的双组分光致发光纱线质量的0.460%和0.137%。

[0044] 在纱线制作完成后进行加密,加密步骤如下:本实施例采用的金属离子种类为 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Eu^{3+} 与 Dy^{3+} ,主要进行防伪所用到的金属离子为 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} ,其含量分别为所述的双组分光致发光纱线质量的0.460%和0.137%,以此为基础对防伪纱线进行加密并发出加密信息。

[0045] 对本实施例制备得到的纱线后对其进行鉴定,解密和鉴定步骤如下:先用光源去照射所获得的纱线,若移除光源后纱线不发光或者发出的不是绿光,则获得的纱线非本实施例制备得到的纱线;若移除光源后纱线发出绿光,再对该纱线进行 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 金属离子进行鉴定并确定其含量与获得的加密信息进行对比,鉴定得到的结果与加密信息相同则为真纱线,否则为假纱线。

[0046] 实施例3

[0047] (1) 将930份重量的棉进行开清梳干法成网制得棉纤网,再将棉纤网经过喇叭口和大压辊使其汇聚成两份须条;

[0048] (2) 将 Mn^{2+} 作为激活离子与 Pr^{3+} 共激活的 $BaMg_2Si_2O_7$ 作为长余辉发光材料和70份重量的纤维素加入1000份重量的溶剂N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)中形成纤维素质量分数为7%的纤维素溶液,其中 $BaMg_2Si_2O_7:Pr, Mn$ 中的 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 与纤维素的质量比为4.25:0.75:100,并在磁力搅拌机上以转速为500rpm、温度为100°C、时间为6h的参数进行磁力搅拌使其分散溶解,再在超声分散机上超声分散1.5h,然后经过过滤脱泡8h得到纺丝液;

[0049] (3) 将步骤(2)的纺丝液注入静电纺丝注射器中,以电压为15kV,接收距离为10cm,挤出速度为3ml/h的参数进行静电纺丝,得到光致发光纤维,再将该纤维层进行集束牵伸得到一束纳米光致发光纤维素纱线(其中,长余辉材料占纳米光致发光纤维素纱线质量的5%,纤维素占纳米光致发光纤维素纱线质量的94%);

[0050] (4) 将步骤(1)中两份须条在赛络菲尔纺纱机上先进行加捻成单一纱线,然后再与步骤(3)中得到的一束纳米光致发光纤维素纱线进行加捻形成双组分光致发光纱线(其中,纳米光致发光纤维素纱线的质量为双组分复合光致发光纱线总质量的7%),其中发光材料 $BaMg_2Si_2O_7:Pr, Mn$ 中的 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 分别占所述的双组分光致发光纱线质量的0.423%和0.075%。

[0051] 在纱线制作完成后进行加密,加密步骤如下:本实施例采用的金属离子种类为 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 与 Pr^{3+} ,主要进行防伪所用到的金属离子为 Ba^{2+} 和 Mg^{2+} ,其含量分别为所述的双组分光致发光纱线质量的0.423%和0.075%,以此为基础对防伪纱线进行加密并发出加密信息。

[0052] 对本实施例制备得到的纱线后对其进行鉴定,解密和鉴定步骤如下:先用光源去照射所获得的纱线,若移除光源后纱线不发光或者发出的不是红光,则获得的纱线非本实施例制备得到的纱线;若移除光源后纱线发出绿光,再对该纱线进行 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 金属离子进行鉴定并确定其含量与获得的加密信息进行对比,鉴定得到的结果与加密信息相同则为真纱线,否则为假纱线。

[0053] 对比例1

[0054] 将实施例2中的静电纺丝和集束牵伸部分改为湿法纺丝,为保证能够纺丝成功,选择将溶剂的份量改为500份,纤维素和长余辉发光材料的含量不变,使得纤维素溶液浓度为12%,其他溶解参数一样。具体湿法纺丝参数如下,将所述的纺丝液注入湿法纺丝注射器中,挤出速度为0.5m/min,挤出的丝进入凝固浴中,其中凝固浴为10%浓度的NMMO溶液,温度为10°C,出了凝固浴之后经过水洗、牵伸、干燥以及后加工等工艺得到湿法纺丝纤维素丝,其中牵伸速度为0.75m/min;

[0055] 通过对比实施例2和本对比例得到的双组分复合光致发光纱线,可以发现对比例1中通过湿法纺丝得到的丝更粗,所以在承载长余辉材料方面不如静电纺丝得到的纳米纤维。湿法纺丝的丝更粗对后续赛络菲尔纺影响也更大,得到的双组分纱线也更粗。那么当使用相同用量的长余辉材料时,光照后获得的发光效果是较细的静电纺再赛络菲尔纺得到的双组分纱线比较粗的湿法纺丝赛络菲尔纺得到的双组分更好,同样的要获得同样的发光效果湿法纺丝所需要的长余辉材料的含量也就越高。

[0056] 对比例2

[0057] 将实施例2中的静电纺丝和集束牵伸部分改为干法纺丝,为保证能够纺丝成功,选择将溶剂的份量改为333份,纤维素和长余辉发光材料的含量不变,使得纤维素溶液浓度为18%,其他溶解参数一样。具体干法纺丝参数如下,将所述的纺丝液注入湿法纺丝注射器中,喷丝孔径为0.15mm,甬道高度为6cm,甬道直径为15cm,热风温度为250℃;

[0058] 通过对比实施例2和对比例得到的双组分复合光致发光纱线,可以发现与对比例1中湿法纺丝情况接近,对比例2中通过干法纺丝得到的丝虽比湿法纺丝细但比静电纺丝粗,所以在承载长余辉材料方面不如静电纺丝得到的纳米纤维。那么当使用相同用量的长余辉材料时,光照后获得的发光效果是较细的静电纺再赛络菲尔纺得到的双组分纱线比较粗的干法纺丝赛络菲尔纺得到的双组分更好,同样的要获得同样的发光效果干法纺丝所需要的长余辉材料的含量也就越高。

[0059] 对比例3

[0060] 将实施例2中长余辉发光材料含量改变为 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 与纤维素的质量比为0.77:0.23:100,其中,长余辉材料占纳米光致发光纤维素纱线质量的1%,纤维素占纳米光致发光纤维素纱线质量的98%,其他参数均不变。那么其中纳米光致发光纤维素纱线的质量仍为双组分复合光致发光纱线总质量的6%,其中发光材料 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 分别占所述的双组分光致发光纱线质量的0.077%和0.023%。

[0061] 与实施例2进行对比可以发现对比例3中的长余辉材料的含量下降至1%时,长余辉材料含量过少,且纱线为非透明纱线,故当光线照射纱线时长余辉材料易被纱线挡住而无法起到发光效果,发光无法被观察到而导致误判。此外,对比例3中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 分别占所述的双组分光致发光纱线质量的0.077%和0.023%,比例也过低导致在进行含量检测时不易被检测出来。

[0062] 对比例4

[0063] 将实施例2中长余辉发光材料含量改变为 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 与纤维素的质量比为15.38:4.62:100,其中,长余辉材料占纳米光致发光纤维素纱线质量的20%,纤维素占纳米光致发光纤维素纱线质量的89%,其他参数均不变。那么其中纳米光致发光纤维素纱线的质量仍为双组分复合光致发光纱线总质量的6%,其中发光材料 $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu},\text{Dy}$ 中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 分别占所述的双组分光致发光纱线质量的1.538%和0.462%。

[0064] 与实施例2进行对比可以发现对比例4中的长余辉材料的含量提升至20%时,长余辉材料含量过高,一方面不需要这么高含量的长余辉材料发光效果就可以很好,长余辉含量过高造成资源浪费;另一方面当长余辉材料含量过高时,静电纺丝过程中长余辉材料可能会出现聚集现象导致发光不均匀更重要的是这会影响到纤网的成型,在长余辉材料聚集处会出现纤网不均匀甚至断裂。

[0065] 测试例

[0066] 表1为实施例1-3以及对比例1-4中检测到的发光颜色、发射主峰、所检测的防伪元素以及含量、能检测到的基质离子的浓度、10min后余辉强度和摩擦循环10次后余辉强度(具体测试方法参照FZ/T 01054-2012织物表面摩擦性能的实验方法)以及纤维直径。

[0067] 表1防伪检测结果

样品	发光颜色	发射主峰	防伪元素	实际含量	检测含量	最低检测浓度	强度 /mcd·m ⁻²	摩擦后余强度 /mcd·m ⁻²	纤维直径
[0068] 实施例1	绿光	520nm	Sr	0.398%	0.398%	0.15%	400	380	200nm
实施例2	绿光	545nm	Ca	0.460%	0.460%	0.1%	330	310	200nm
			Mg	0.137%	0.137%	0.05%			
实施例3	红光	666nm	Ba	0.423%	0.423%	0.1%	350	330	200nm
			Mg	0.075%	0.075%	0.05%			
对比例1	绿光, 但颜色较弱	545nm	Ca	0.40%	0.40%	0.1%	330	200	90μm
			Mg	0.09%	0.09%	0.05%			
[0069] 对比例2	绿光, 但颜色较弱	545nm	Ca	0.430%	0.430%	0.1%	360	260	30μm
			Mg	0.11%	0.11%	0.05%			
对比例3	颜色被遮挡	545nm	Ca	0.077%	/	0.1%	100	80	200nm
			Mg	0.023%	/	0.05%			
对比例4	绿光, 但颜色不均匀	545nm	Ca	1.538%	1.538%	0.1%	450	430	250nm
			Mg	0.462%	0.462%	0.05%			

[0070] 从表1中可知,本发明制备的双组分复合光致发光纱线用于防伪时,准确度高达100%,而对比例3中准确度有大幅降低,对比例1、2虽然实际含量和检测含量一致但是实际含量均低于实施例2的实际含量,这是由于对比例1、2中制备的丝的承载能力低于实施例2的承载能力导致的。

[0071] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。而由此所引申出的显而易见的变化或变动仍处于本发明创造的保护范围之内。

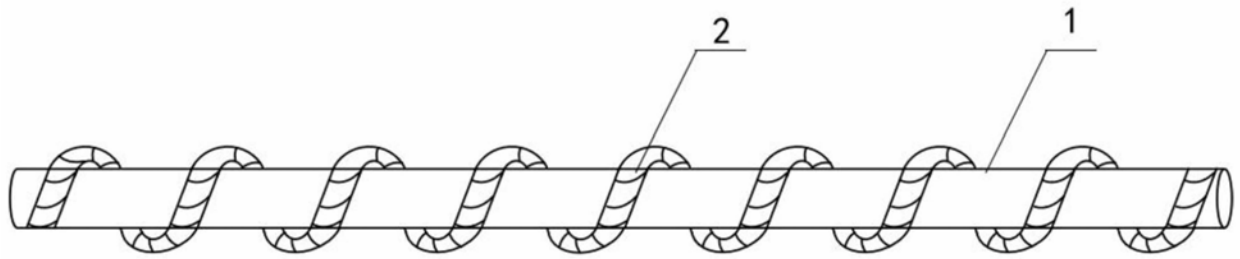


图1