



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111235681 A

(43)申请公布日 2020.06.05

(21)申请号 202010300819.5

(22)申请日 2020.04.16

(71)申请人 百事基材料(青岛)股份有限公司

地址 266000 山东省青岛市市南区香港中路12号B区B611户

(72)发明人 黄效华 马咏梅 姜义军 王世超
刘宇 甄丽 黄效龙 刘彦明

(74)专利代理机构 山东华君知识产权代理有限公司 37300

代理人 吕翠莲

(51)Int.Cl.

D01F 6/92(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法

(57)摘要

本发明提供一种大黄素改性涤纶长丝制备方法,该涤纶长丝中含有大黄素0.1-5%,该涤纶长丝的制备方法包括含大黄素的功能改性剂的制备、大黄素复合改性剂的制备、混炼和高速纺丝,采用上述方法制备的大黄素改性涤纶长丝,可减少细菌的附着,对人体容易感染的金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌等细菌的抑菌率达到95.0-98.5%;该涤纶长丝断裂强度为6.0-6.2cN/dtex,断裂伸长率38.5-40.0%,制得涤纶长丝织物水洗50次之后,抑菌率仍在95%以上,拉伸强度保持率在98%以上,该纤维耐洗涤性能十分优异。

1. 一种大黄素改性涤纶长丝制备方法,其特征在于,所述涤纶长丝中含有大黄素0.1-5%;所述制备方法,包括含大黄素的功能改性剂的制备、大黄素复合改性剂的制备、混炼和高速纺丝。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述含大黄素的功能改性剂的制备,活化蒙脱土在大黄素分散液中的浴比为1:5-10。

3. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,所述活化蒙脱土,粒度为600-800目,表观粘度155-160mPa.s。

4. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于,所述活化蒙脱土的制备方法,包括将蒙脱土加入硫酸溶液中进行活化,密封加热加热至60-65℃搅拌8h。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,所述活化蒙脱土的制备方法,还包括预烧和烧结,所述预烧,将蒙脱土颗粒研磨成面粉状细粉末,放入到箱式炉中300℃预烧2.5-3h;所述烧结,在氮气氛围中进行,烧结温度为500-520℃,时间为5-6h。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述大黄素复合改性剂,粉末粒度为500-700nm,密度2.0-2.3g/cm³。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述混炼,含大黄素的功能改性剂与普通PET切片的混合质量比为1:5-10。

8. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述大黄素复合改性剂的制备,混合助剂的加入量为20-25wt%,所述混合助剂,氧化铝、白云石粉和椰油酸单乙醇酰胺的质量比为12-15:8-10:2-3。

9. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,所述大黄素复合改性剂的制备,还需加入脂溶性促进剂,所述脂溶性促进剂,span80和钛酸正丁酯的混合比为0.2-0.4:1;促进剂的加入量占总量的1-4wt%。

10. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述高速纺丝,纺丝箱箱体温度为260-290℃,计量泵转速22-25r/min,喷丝孔为Y形孔。

一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于纤维制造技术领域,具体涉及一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法。

背景技术

[0002] 涤纶是我国聚酯纤维的商品名称,是合成纤维中的一个重要品种,涤纶纤维被称为新一代的合成纤维,具有保暖、轻盈、透气、贴身、舒适以及柔软等特点,在服装面料领域,取得了其他纤维难以取得的成效,尤其是涤纶仿真丝针织物,它既具有真丝吸湿透气,穿着舒适等优点,又克服了真丝面料易皱、粘身以及牢度差等缺点,更加赋予织物良好的延伸性、悬垂性和透气,是制作运动服、帐篷等户外用品的优良材质。

[0003] 抗菌环保是新材料的热潮,现有技术中通常加入无机或有机的抗菌剂来制备具有抑菌防霉作用的涤纶制品,但是无机或有机抗菌剂存在一定的安全隐患,抗菌剂易发生降解释放,抗菌时间短,不符合当今大众对于健康环保安全纺织品的需求。

[0004] 在聚酯切片中加入大黄素来改善其天然抑菌特性,现有技术中未见报道。申请人在进行相关实验时,发现,直接在聚酯材料中加入大黄素,有机物质容易发生炭化导致损失,减少其功能性,也会影响纤维的美观,进一步加工过程中常常存出现纤维强度低、易拉断等不足,另外制得的涤纶纤维织物不耐洗涤,纤维耐磨性较差。

发明内容

[0005] 为解决现有技术存在的问题,对现有工艺进行进一步优化,本发明提供一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法,以实现以下发明目的:

- 1、提升天然抗菌功效、延长抗菌时间;
- 2、增强纤维的力学强度;
- 3、增强纤维的耐洗涤性;

为解决以上技术问题,本发明采用以下技术方案:

一种大黄素改性涤纶长丝制备方法,其特征在于,所述涤纶长丝中含有大黄素0.1-5%;所述涤纶长丝制备方法,包括原料的选择、含大黄素的功能改性剂的制备、大黄素复合改性剂的制备、混炼、高速纺丝和后处理;

所述原料的选择,大黄素,外观粉末疏松、无结块,橙黄色长针状结晶,且均匀一致;有效成分含量 $\geq 98\%$,水分 $\leq 5\%$;

所述含大黄素的功能改性剂的制备,活化蒙脱土在大黄素分散液中的浴比为1:5-10;

所述活化蒙脱土,粒度为600-800目,表观粘度155-160mPa.s;

所述活化蒙脱土的制备方法,包括将蒙脱土加入硫酸溶液中进行活化,密封加热至60-65℃搅拌8h;

所述活化蒙脱土的制备方法,还包括预烧和烧结,所述预烧,将蒙脱土颗粒研磨成面粉状细粉末,放入到箱式炉中300℃预烧2.5-3h;所述烧结,在氮气氛围中进行,烧结温度为

500-520℃,时间为5-6h;

所述大黄素复合改性剂的制备,混合助剂的加入量为20-25wt%,所述混合助剂,氧化铝、白云石粉和椰油酸单乙醇酰胺的质量比为12-15:8-10:2-3;

所述大黄素复合改性剂的制备,还需加入脂溶性促进剂,所述脂溶性促进剂,span80和钛酸正丁酯的混合比为0.2-0.4:1;促进剂的加入量占总量的1-4wt%;

所述大黄素复合改性剂,粉末粒度为500-700nm,密度2.0-2.3g/cm³;

所述混炼,含大黄素的功能改性剂与普通PET切片的混合质量比为1:5-10;

所述高速纺丝,纺丝箱箱体温度为260-290℃,计量泵转速22-25r/min,喷丝孔为Y形孔;

所述后处理,一次牵伸,牵伸温度为180-190℃,牵伸倍数为4.2-4.5倍,牵伸速率为12-13m/min;第二次牵伸温度为100-120℃,牵伸倍数为1.8-2.0倍,牵伸速率为3-4m/min;

所述后处理,热定型120-125℃,卷绕纺丝速度 3700-3750m/min。

[0006] 采用上述技术方案,本发明的有益效果为:

1、采用本发明大黄素改性涤纶长丝的制备方法,制得涤纶长丝具有优异的抗菌效果,可减少细菌的附着,对人体容易感染的金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌等细菌的抑菌率达到95.0-98.5%;

2、采用本发明大黄素改性涤纶长丝的制备方法,制得涤纶长丝,断裂强度为6.0-6.2cN/dtex,断裂伸长率38.5-40.0%,断裂伸长CV值达到8.5-9.0%;

3、采用本发明大黄素改性涤纶长丝的制备方法,制得涤纶长丝织物水洗50次之后,抑菌率仍在95%以上,拉伸强度保持率在98%以上;

4、采用本发明大黄素改性涤纶长丝的制备方法,制得涤纶长丝吸水性好,保水率达到25-30%;

5、采用本发明大黄素改性涤纶长丝,色泽均匀,透光率达到75-80%,肉眼看不到明显碳黑以及粒子团聚现象;

具体实施方式:

下面结合具体的实施例,进一步阐述本发明。

[0007] 实施例1一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法

1、原料的选择:

大黄素,外观粉末疏松、无结块,橙黄色长针状结晶,且均匀一致;有效成分含量98%,水分4.5%;

2、含大黄素的功能改性剂的制备:

在烧杯中加入适量水,加入NaCO₃固体,搅拌溶解之后,加入大黄素粉体,搅拌至完全溶解,得到大黄素分散液;

向大黄素分散液中加入活化蒙脱土,以30r/min的转速搅拌30min,使其大黄素充分进入到多孔材料内部制得纳米复合材料,经分离干燥后得到含大黄素的功能改性剂;

所述大黄素分散液,大黄素浓度为15wt%;

所述含大黄素的功能改性剂的制备,活化蒙脱土在大黄素分散液中的浴比为1:5;

所述活化蒙脱土,粒度为600目,表观粘度155.2mPa.s;

所述活化蒙脱土的制备方法,包括如下步骤:

将蒙脱土加入硫酸溶液中进行活化处理,加入少量纳米硝酸铈,密封加热至60℃搅拌8h,后加入液碱调节溶液pH至6.5,经过过滤、干燥、煅烧处理,即可得到改性蒙脱土多孔微球;

所述纳米硝酸铈的加入量为0.5wt%;

所述煅烧,包括预烧和烧结;

所述预烧,将蒙脱土颗粒研磨成面粉状细粉末,放入到箱式炉中300℃预烧2.5h;所述烧结,在氮气氛围中进行,烧结温度为500℃,时间为5h,后随炉冷却;

3、大黄素复合改性剂的制备:

将含大黄素的功能改性剂加入到研磨机中,加入20wt%的混合助剂,后加入少量脂溶性促进剂进行混合研磨,转速为700r/min,研磨时间3h,得到大黄素复合改性剂;

所述混合助剂,氧化铝、白云石粉和椰油酸单乙醇酰胺的质量比为15:8:2;

所述脂溶性促进剂,span80和钛酸正丁酯的混合比为0.2:1;促进剂的加入量占总量的1.0wt%;

所述大黄素复合改性剂,粉末粒度为500-520nm,密度2.02g/cm³;

4、混炼

将普通的PET切片加入到双螺杆挤出机中,将大黄素复合改性剂注射到双螺杆挤出机中熔融高速混炼,升高温度为310℃,混合熔体含水量0.05wt%;

所述熔融高速混炼,转速为1200rad/min,混合时间90min;

所述含大黄素的功能改性剂与普通PET切片的混合质量比为1:5;

5、高速纺丝

混合熔体经计量泵输入纺丝箱体,采用高速纺丝工艺进行纺丝,纺丝箱箱体温度为2600℃,计量泵转速22r/min,喷丝孔为Y形孔,喷丝板规格为2000孔;

6、后处理

上述纤维丝束经冷却、牵伸、上油、热定型、卷绕形成涤纶长丝,得到含大黄素改性的涤纶长丝,主要纺丝工艺参数包括:

丝束采用侧吹风冷却,侧吹风风温18℃、湿度45%、风速1.2m/s;一次牵伸,牵伸温度为180℃,牵伸倍数为4.2倍,牵伸速率为12m/min;第二次牵伸温度为100℃,牵伸倍数为1.8倍,牵伸速率为3m/min;热定型120℃,卷绕纺丝速度 3700m/min。

[0008] 采用实施例1的技术方案制备的大黄素改性涤纶长丝具有优异的抗菌效果,可减少细菌的附着,对人体容易感染的金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌等细菌的抑菌率达到98.5%,除此之外,涤纶长丝断裂强度为6.08cN/dtex,断裂伸长率40.0%,断裂伸长CV值达到8.8%,透光率达到75.2%;涤纶长丝织物吸水性好且耐洗涤性强,水洗50次之后,抑菌率仍在97.7%,拉伸强度保持率在99.2%,保水率达到25.8%。

[0009] 实施例2一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法

1、原料的选择:

大黄素,外观粉末疏松、无结块,橙黄色长针状结晶,且均匀一致;有效成分含量98.8%,水分3.5%;

2、含大黄素的功能改性剂的制备:

在烧杯中加入适量水,加入NaCO₃固体,搅拌溶解之后,加入大黄素粉体,搅拌至完全溶

解,得到大黄素分散液;

向大黄素分散液中加入活化蒙脱土,以50r/min的转速搅拌60min,使其大黄素充分进入到多孔材料内部制得纳米复合材料,经分离干燥后得到含大黄素的功能改性剂;

所述大黄素分散液,大黄素浓度为20wt%;

所述含大黄素的功能改性剂的制备,活化蒙脱土在大黄素分散液中的浴比为1:8;

所述活化蒙脱土,粒度为600目,表观粘度157.5mPa.s;

所述活化蒙脱土的制备方法,包括如下步骤:

将蒙脱土加入硫酸溶液中进行活化处理,加入少量纳米硝酸铈,密封加热至65℃搅拌8h,后加入液碱调节溶液pH至6.9,经过过滤、干燥、煅烧处理,即可得到改性蒙脱土多孔微球;

所述纳米硝酸铈的加入量为1.0wt%;

所述煅烧,包括预烧和烧结;

所述预烧,将蒙脱土颗粒研磨成面粉状细粉末,放入到箱式炉中300℃预烧3h;所述烧结,在氮气氛围中进行,烧结温度为500℃,时间为5h,后随炉冷却;

3、大黄素复合改性剂的制备:

将含大黄素的功能改性剂加入到研磨机中,加入20wt%的混合助剂,后加入少量脂溶性促进剂进行混合研磨,转速为700r/min,研磨时间5h,得到大黄素复合改性剂;

所述混合助剂,氧化铝、白云石粉和椰油酸单乙醇酰胺的质量比为13:9:2;

所述脂溶性促进剂,span80和钛酸正丁酯的混合比为0.2:1;促进剂的加入量占总量的2.5wt%;

所述大黄素复合改性剂,粉末粒度为600-640nm,密度2.24g/cm³;

4、混炼

将普通的PET切片加入到双螺杆挤出机中,将大黄素复合改性剂注射到双螺杆挤出机中熔融高速混炼,升高温度为310℃,混合熔体含水量0.08wt%;

所述熔融高速混炼,转速为1200rad/min,混合时间90min;

所述含大黄素的功能改性剂与普通PET切片的混合质量比为1:8;

5、高速纺丝

混合熔体经计量泵输入纺丝箱体,采用高速纺丝工艺进行纺丝,纺丝箱箱体温度为290℃,计量泵转速22r/min,喷丝孔为Y形孔,喷丝板规格为2000孔;

6、后处理

上述纤维丝束经冷却、牵伸、上油、热定型、卷绕形成涤纶长丝,得到含大黄素改性的涤纶长丝,主要纺丝工艺参数包括:

丝束采用侧吹风冷却,侧吹风风温18℃、湿度50%、风速1.3m/s;一次牵伸,牵伸温度为180℃,牵伸倍数为4.5倍,牵伸速率为12m/min;第二次牵伸温度为100℃,牵伸倍数为2.0倍,牵伸速率为4m/min;热定型125℃,卷绕纺丝速度 3700m/min。

[0010] 采用实施例2的技术方案制备的大黄素改性涤纶长丝具有优异的抗菌效果,可减少细菌的附着,对人体容易感染的金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌等细菌的抑菌率达到98.0%,除此之外,涤纶长丝断裂强度为6.21cN/dtex,断裂伸长率39.2%,断裂伸长CV值达到8.5%,透光率达到78.5%;涤纶长丝织物吸水性好且耐洗涤性强,水洗50次之后,抑菌率

仍在97.2%，拉伸强度保持率在98.5%，保水率达到29.5%。

[0011] 实施例3一种大黄素改性涤纶长丝及其制备方法

1、原料的选择：

大黄素，外观粉末疏松、无结块，橙黄色长针状结晶，且均匀一致；有效成分含量99.8%，水分4.0%；

2、含大黄素的功能改性剂的制备：

在烧杯中加入适量水，加入 NaCO_3 固体，搅拌溶解之后，加入大黄素粉体，搅拌至完全溶解，得到大黄素分散液；

向大黄素分散液中加入活化蒙脱土，以60r/min的转速搅拌120min，使其大黄素充分进入到多孔材料内部制得纳米复合材料，经分离干燥后得到含大黄素的功能改性剂；

所述大黄素分散液，大黄素浓度为25wt%；

所述含大黄素的功能改性剂的制备，活化蒙脱土在大黄素分散液中的浴比为1:10；

所述活化蒙脱土，粒度为750-800目，表观粘度159.8mPa.s；

所述活化蒙脱土的制备方法，包括如下步骤：

将蒙脱土加入硫酸溶液中进行活化处理，加入少量纳米硝酸铈，密封加热至65℃搅拌8h，后加入液碱调节溶液pH至7.5，经过过滤、干燥、煅烧处理，即可得到改性蒙脱土多孔微球；

所述纳米硝酸铈的加入量为1.2wt%；

所述煅烧，包括预烧和烧结；

所述预烧，将蒙脱土颗粒研磨成面粉状细粉末，放入到箱式炉中300℃预烧3h；所述烧结，在氮气氛围中进行，烧结温度为520℃，时间为6h，后随炉冷却；

3、大黄素复合改性剂的制备：

将含大黄素的功能改性剂加入到研磨机中，加入25wt%的混合助剂，后加入少量脂溶性促进剂进行混合研磨，转速为800r/min，研磨时间5h，得到大黄素复合改性剂；

所述混合助剂，氧化铝、白云石粉和椰油酸单乙醇酰胺的质量比为12:10:3；

所述脂溶性促进剂，span80和钛酸正丁酯的混合比为0.4:1；促进剂的加入量占总量的4wt%；

所述大黄素复合改性剂，粉末粒度为600-700nm，密度2.30g/cm³；

4、混炼

将普通的PET切片加入到双螺杆挤出机中，将大黄素复合改性剂注射到双螺杆挤出机中熔融高速混炼，升高温度为310℃，混合熔体含水量0.08wt%；

所述熔融高速混炼，转速为1200rad/min，混合时间90min；

所述含大黄素的功能改性剂与普通PET切片的混合质量比为1:10；

5、高速纺丝

混合熔体经计量泵输入纺丝箱体，采用高速纺丝工艺进行纺丝，纺丝箱箱体温度为290℃，计量泵转速25r/min，喷丝孔为Y形孔，喷丝板规格为2000孔；

6、后处理

上述纤维丝束经冷却、牵伸、上油、热定型、卷绕形成涤纶长丝，得到含大黄素改性的涤纶长丝，主要纺丝工艺参数包括：

丝束采用侧吹风冷却,侧吹风风温20℃、湿度50%、风速1.3m/s;一次牵伸,牵伸温度为190℃,牵伸倍数为4.5倍,牵伸速率为13m/min;第二次牵伸温度为120℃,牵伸倍数为2.0倍,牵伸速率为4m/min;热定型125℃,卷绕纺丝速度3750m/min。

[0012] 采用实施例3的技术方案制备的大黄素改性涤纶长丝具有优异的抗菌效果,可减少细菌的附着,对人体容易感染的金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌等细菌的抑菌率达到97.2%,除此之外,涤纶长丝断裂强度为6.16cN/dtex,断裂伸长率38.5%,断裂伸长CV值达到9.0%,透光率达到79.7%;涤纶长丝织物吸水性好且耐洗涤性强,水洗50次之后,抑菌率仍在96.5%,拉伸强度保持率在99.0%,保水率达到28.2%。

[0013] 最后应说明的是:以上所述仅为本发明的优选实施例,并不用于限制本发明,尽管参照前述实施例对本发明进行了详细说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。