

[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 200710118929.4

[51] Int. Cl.

D01F 6/46 (2006.01)

D01F 1/10 (2006.01)

A41D 13/00 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009年6月10日

[11] 授权公告号 CN 100497771C

[22] 申请日 2007.6.15

[21] 申请号 200710118929.4

[73] 专利权人 吴进前

地址 100096 北京市海淀区西三旗育新花园18号楼307室

[72] 发明人 吴进前

[56] 参考文献

CN1161389A 1997.10.8

CN1978385A 2007.6.13

TW265175B 2006.11.1

CN1131164A 1996.9.18

CN1091188C 2002.9.18

KR10-2006-0033141A 2006.4.19

纳米复合抗菌丙纶性能研究. 马晓光, 崔河. 合成纤维工业, 第25卷第1期. 2002

钱芝龙. 低分子蜡在远红外丙纶母粒中的应用. 合成纤维工业, 第23卷第5期. 2000

审查员 李媛

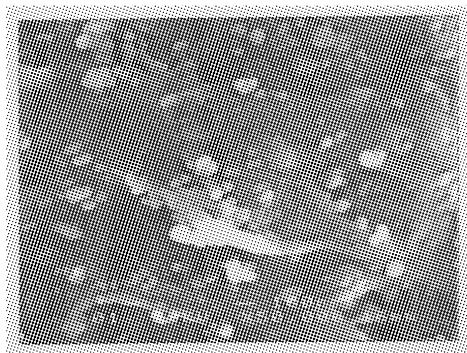
权利要求书2页 说明书9页 附图2页

[54] 发明名称

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维及其制造方法

[57] 摘要

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维及其制造方法, 纤维含重量份纳米陶瓷粉12~45份、聚丙烯250~270份和聚乙烯蜡2~18份, 纤维单丝纤度0.5~1.5D, 断裂强度大于2.5cN/dtex, 通过纳米陶瓷粉水相分散、预分散前驱体、复合母粒、复合切片和高速纺丝等步骤制成。所述纳米陶瓷粉成分为ZrO₂或ZrO₂与ZrC、TiO₂和Ag⁺抗菌剂中一种或几种。采用该纤维可制成各种多功能纺织品, 如: 运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具制品等, 具有发射生物波光子能量、抗紫外线、抗菌、吸收和阻隔近红外线及排汗导湿等多种功能, 从而赋予纺织品抗菌卫生、能量保健、隔热防晒、蓄热保温、干爽舒适等多种功用。



1、一种纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，其特征在于：该纤维含有下列原料组分：

纳米陶瓷粉：12~45重量份

聚丙烯：250~270重量份

聚乙烯蜡：2~18重量份；

所述纳米陶瓷粉成分为 ZrO_2 ，或 ZrO_2 与 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂中一种或几种的混合，其中 ZrO_2 不小于10重量份；

将上述纳米陶瓷粉经水相分散，制成纳米分散水溶胶态陶瓷浆料，然后再与聚乙烯蜡、聚丙烯和溶剂油混合，形成水、油两相混合体系，经化学反应后，产物烘干成为干燥的纳米陶瓷预分散前驱体；将纳米陶瓷预分散前驱体经复合母粒制备、复合切片制备和纺丝后，形成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维。

2. 按照权利要求1所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，其特征在于：所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的单丝纤度0.5~1.5D，纤维断裂强度大于2.5cN/dtex；所采用的纳米陶瓷粉的粒径及其在复合母粒和复合细旦丙纶多功能纤维中的分散度小于100nm。

3、一种如权利要求1所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备方法，其特征在于该方法包括如下步骤：

1) 纳米陶瓷粉水相分散：将12~45重量份的纳米陶瓷粉、阴离子表面活性剂和水，在常温下经球磨或砂磨制成浓度为5~30wt%的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料；所述的阴离子表面活性剂用量为纳米陶瓷粉重量的2~6wt%；

2) 纳米陶瓷预分散前驱体制备：在水中添加2~18重量份聚乙烯蜡、0~80重量份粉状聚丙烯和溶剂油搅拌，60~95℃下水中形成含蜡油相体系；将步骤1)中的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料加入到含蜡油相体系中，经搅拌，形成水、油两相混合体系；然后添加阳离子表面活性剂，经化学反应后形成的产物烘干，获得纳米陶瓷预分散前驱体；所述的阳离子表面活性剂、溶剂油和水的用量按纳米陶瓷粉重量计，分别为2~6wt%、30~80wt%和4~20倍；

3) 纳米陶瓷复合纤维母粒制备：将步骤2)所得的纳米陶瓷预分散前驱体在180~220℃下经过螺杆挤出机熔融、捏合、挤出，制成纳米陶瓷复合纤维母粒；

4) 纳米陶瓷复合纤维切片制备：将步骤3)中得到的纳米陶瓷复合纤维母粒与剩余重量份的聚丙烯切片混合，经螺杆挤出机熔融、捏合、挤出、切粒后制成纳米陶瓷复合纤维切片；

5) 纳米陶瓷复合细旦丙纶高速纺丝：将步骤4)中制备的纳米陶瓷复合纤维切片，经熔融纺丝和变形工艺，制成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维。

4. 按照权利要求3所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备方法, 其特征在于: 所述的阴离子表面活性剂为脂肪酸酯磺酸盐, 所述的阳离子表面活性剂为松香胺。

5. 按照权利要求3或4所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备方法, 其特征在于: 所述的溶剂油标号为100~120号, 所述的粉状聚丙烯和聚丙烯切片的熔融指数25~55g/10min。

6. 按照权利要求3所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备方法, 其特征在于: 步骤5) 中熔融纺丝的速度为2500~3200m/s, 温度260~300℃。

7. 如权利要求1所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维应用方法, 其特征在于: 采用部分或全部该纤维制成用于抗菌卫生、能量保健、隔热防晒、蓄热保温或干爽舒适的运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具制品。

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维及其制造方法

技术领域

本发明涉及一种多功能纤维及其制造方法，尤其涉及一种纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维及其制造方法与应用，属于纺织新材料技术领域，

背景技术

纳米陶瓷材料是指晶粒尺寸在1~100nm之间、化学成分属于无机非金属的纳米材料，纳米陶瓷粉是一种最基本的纳米陶瓷材料。将具有特殊性能的纳米陶瓷粉与其它聚合物材料进行复合、掺杂而制成的纳米陶瓷复合功能纤维，不仅具有普通纤维所具有的常规特性，更具有纳米陶瓷材料所具有的特殊功能特性。

目前，理论上制造纳米陶瓷复合功能纤维的方法主要有三种途径：（1）涂覆法，是在纤维表面涂覆含有纳米陶瓷粉的粘合剂，这种方法最明显的缺点是无法保证纳米陶瓷粉在纤维表面的附着性和稳定性，尤其是纤维制品的舒适性和多次水洗耐久效果。（2）复合纤维母料法，是将纳米陶瓷粉与有机聚合物共混形成复合纤维母料，再按一定比例将其与纺丝原料混合纺丝，该方法工艺、技术和纤维质量可操作性良好，关键是如何保证有效地将纳米陶瓷粉以纳米粒子状态均匀分散在母料中，技术上较大的难度，目前尚未发现具体有效的方法。

（3）合成纤维母料法，是在纳米粉体存在下进行纤维原料的原位合成、形成包覆有纳米粒子的纤维大分子，构成纳米复合纤维母料，再以同（2）的方法纺丝，该方法的关键是合成纤维母料的技术、工艺和设备要求都非常复杂和困难，成本相对也很高，另外就是在取得纤维特殊功能同时又不失去纤维质感和手感等问题，目前也未见理想的解决方法。

在合成纤维中添加具有特定功能的非纳米级普通陶瓷粉体，从而赋予纤维及其纺织品相应功能的应用技术已经很多。如中国专利公开号为CN1123849A中公开一种功能纤维，是在成纤聚合物中添加某些具有特殊热效应、磁效应和红外辐射等功能性物质的至少两种，颗粒直径为 $0.05\sim 2\mu\text{m}$ ，用常规纺丝方法和条件制成，其织物具有保健功能。中国发明专利公开号CN276445公开一种多功能纤维及制作方法，具有抗菌、抗紫外线和远红外多功能，其添加功能成分为多种氧化物陶瓷粉的混合物，粒径小于 $3\mu\text{m}$ 。这些功能纤维大多是采用了多组分、复杂的原料配方，由于不是采用纳米材料，粉体颗粒较大，纤维难以做到很细，因此纤维功能性及纤维纺织品的质感、手感和舒适性都有明显的局限。

添加纳米级陶瓷粉体，从而赋予纤维及其纺织品相应功能的应用技术有少量公开报道。如中国发明专利ZL200310118478.6公开一种抗紫外线-抗可见光-抗近红外线的特种功能纤维，该纤维中添加小于80nm的纳米 $\alpha\text{-Fe}$ 粉和云母粉；中国发明专利ZL200310122001.5中公开一种纳米蓄热升温全波段红外纤维组合物，通过升温来促进使用者血液循环作用，起蓄热增暖及保健作用，采用功能原料为10~100nm的高岭土和ZrC。这些专利技术的特征是纤维功能相

对单一、功能配方中均采用了矿物原料，但纳米矿物原料的获得实际尚无经济有效的办法，即使通过特殊方法获得，这些无机的纳米颗粒表面活性高，极易在空气中团聚形成非纳米级的大颗粒，因此用普通的干法粉碎或表面处理分散技术，很难将团聚的大颗粒有效分散并稳定，更难以将其在纤维有机聚合物载体中呈均匀纳米分散，从而严重影响了其功能性发挥以及纤维的可纺性。

细旦丙纶纤维是最近十多年才发展起来的新技术产品，它具有原料来源丰富、成本低、质轻（比重小）、保暖（热导率低）、疏水性（非极性）、强力高、抗化学腐蚀、卫生性好等许多独特的物理和化学性能，尤其是它是唯一批量应用的疏水性纤维，具有独特的毛细管“芯吸效应”，纤维越细，效果越显著，一般将单丝纤度小于1.5D的聚丙烯纤维称为细旦丙纶，制成贴身服装，可发挥理想的排湿、导汗作用。目前，普通细旦丙纶技术已有大量应用，但多功能的细旦丙纶尚无成熟可靠应用技术，其困难在于细旦纤维截面很小，一般直径在十几微米以下，因此要求添加功能材料的细度，尤其是颗粒分散度也必须很小，否则难以保证纤维的常规性能、功能成分添加量及功能性，特别是纤维可纺性和后加工难以满足大批量生产要求。中国发明专利公开号CN1310250A虽然公开一种远红外细旦丙纶长丝的生产方法，是将远红外陶瓷粉母粒与聚丙烯切片改性造粒制成切片，采用高速纺生产1~2.5dtex（1D≈1.1 dtex）细旦丙纶长丝，但该方法仅提供纤维纺丝生产方法，而且所采用母粒的陶瓷微粉粒径为 $0.3\sim 1.2\mu\text{m}$ ，非纳米陶瓷材料，远大于纳米材料小于100nm（ $0.1\mu\text{m}$ ）的纳米尺度要求；该生产方法中对主要影响功能纤维性能的陶瓷粉含量及其分散情况，均未提出具体措施和说明，因此，如何实施添加足够量陶瓷粉以满足纤维功能性要求，并保证纤维可纺性，以及避免纤维表面因大颗粒存在对织造设备产生磨损等问题，均存在严重技术局限和不确定因素。

综上所述，如何发现具有多重功效、成份简单且易于控制的纳米陶瓷功能材料，采用经济有效的纳米陶瓷分散方法，将纳米陶瓷粒子均匀地分散到适当的纤维聚合物中，制成一种纳米复合多功能纤维，从而赋予纤维纺织品卫生、保健、防护、干爽和舒适等多功能特性，目前尚无理想的可行技术和相应产品。

发明内容

针对现有技术存在的不足和缺陷，本发明的目的在于提供一种纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维及其制造方法，通过该方法制备的纤维功能成分简单、多样并可调，陶瓷粉体粒子均匀、高效纳米分散并与纤维聚合物有机复合，能有效保证纳米陶瓷复合功能纤维的可纺性、细旦化和功能多样化。

本发明的技术方案如下：

一种纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，其特征在于：该纤维含有下列原料组分：

纳米陶瓷粉：12~45重量份
聚丙烯：250~270重量份
聚乙烯蜡：2~18重量份；

所述纳米陶瓷粉成分为 ZrO_2 ，或 ZrO_2 与 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂中一种或几种的混合，其中 ZrO_2 不小于10重量份；

将上述纳米陶瓷粉经水相分散，制成纳米分散水溶胶态陶瓷浆料，然后再与聚乙烯蜡、聚丙烯和溶剂油混合，形成水、油两相混合体系，经化学反应后，产物烘干成为干燥的纳米陶瓷预分散前驱体；将纳米陶瓷预分散前驱体经复合母粒制备、复合切片制备和纺丝后，形成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维。

本发明的技术特征还在于：所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的单丝纤度0.5~1.5D，纤维断裂强度大于2.5cN/dtex；所采用的纳米陶瓷粉的粒径及其在复合母粒和复合细旦丙纶多功能纤维中的分散度小于100nm。

本发明提供了一种上述纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备方法，其特征在于该方法包括如下步骤：

1) 纳米陶瓷粉水相分散：将10~45重量份的纳米陶瓷粉、阴离子表面活性剂和水，在常温下经球磨或砂磨制成浓度为5~30wt%的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料；所述的阴离子表面活性剂用量为纳米陶瓷重量的2~6wt%；

2) 纳米陶瓷预分散前驱体制备：在水中添加2~18重量份聚乙烯蜡、0~80重量份粉状聚丙烯和溶剂油搅拌，60~95℃下水中形成含蜡油相体系；将步骤1)中的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料加入到含蜡油相体系中，经搅拌，形成水、油两相混合体系；然后添加阳离子表面活性剂，经化学反应后形成的产物烘干，获得纳米陶瓷预分散前驱体；所述的阳离子表面活性剂、溶剂油和水的用量按纳米陶瓷粉重量计，分别为2~6wt%、30~80wt%和4~20倍；

3) 纳米陶瓷复合纤维母粒制备：将步骤2)所得的纳米陶瓷预分散前驱体在180~220℃下经过螺杆挤出机熔融、捏合、挤出，制成纳米陶瓷复合聚丙烯母粒；

4) 纳米陶瓷复合纤维切片制备：将步骤3)中得到的纳米陶瓷复合聚丙烯母粒与剩余重量份的聚丙烯切片混合，经螺杆挤出机熔融、捏合、挤出、切粒后制成纳米陶瓷复合纤维切片；

5) 纳米陶瓷复合细旦丙纶高速纺丝：将步骤4)中制备的纳米陶瓷复合聚丙烯纤维切片，经熔融纺丝和变形工艺，制成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维。

本发明中所述的阴离子表面活性剂为脂肪酸酯磺酸盐，所述的阳离子表面活性剂为松香胺。

所述的溶剂油标号为100~120号，所述的粉状聚丙烯和聚丙烯切片的熔融指数25~55g/10min。

熔融纺丝的速度为2500~3200m/s，温度260~300℃。

本发明还提供了一种所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维应用方法，其特征在于：采用部分或全部该纤维制成用于抗菌卫生、能量保健、隔热防晒、蓄热保温或干爽舒适的运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具制品。

本发明与现有技术相比，具有以下优点及突出性效果：

①本发明优选 ZrO_2 纳米陶瓷粉为基本多功能添加剂，同时还可以根据功能应用要求选择相应的纳米陶瓷功能增强调节剂，有效兼顾工艺可操作性、制品多功能性和成本经济性。 ZrO_2 纳米陶瓷作为基本功能性原料，其多功能性能优异、成分简单、原料来源丰富，该材料常温下具有高的 $2\sim 25\mu m$ 生物波光子能量发射能力，辐射率大于90%，最好可达95%以上，同时还具有良好的抗紫外线、抗菌和阻隔近红外热线的性能，是一种优良的纳米多功能材料。选择 ZrO_2 纳米陶瓷为基本多功能添加剂，是由于其特殊的化学成分和结构决定的，根据量子力学理论，分子振动过程中偶极矩变化越大，相应的吸收带越强，辐射越强，偶极矩的大小（即极化程度）与极化率成正比，纳米 ZrO_2 具有高的生物波辐射率与其晶体的弹性位移极化（包括离子的电子位移极化和离子位移极化）特性有关，离子的电子位移极化程度除了与它的极化率大小有关，还与离子的大小有关，锆比硅、铝、钛等的离子半径都大， ZrO_2 晶体中离子位移极化能力也要强，偶极矩变化大，其辐射吸收也相对更强，因而是理想的光子能量辐射材料；同时由于其结构的纳米尺度，从而具有优良的光谱吸收特性，可有效吸收紫外线和近红外热射线。另外，本发明中根据应用的功能要求，还可以选择纳米 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂中的一种或几种为功能增强调节剂，用以调节并强化某些应用功能；如：纳米 TiO_2 可强化调节抗紫外线、抗菌功能；纳米 ZrC 对近红外热射线有强吸收作用，可强化调节蓄热保温功能；纳米 Ag^+ 抗菌剂有强的广谱抗菌效果，可增强纤维的抗菌性能。选择采用这些纳米陶瓷功能调节剂，不仅强化部分应用功能，还可有效降低基本功能添加剂含量，从而可减少成本和增加成品率，因而具有良好的经济性。

②本发明采用的纳米陶瓷粉，全部为人工合成纳米陶瓷功能材料，有效保证了其可靠的安全性和优异的功能性。人工合成材料可优选配方和工艺，有效控制原料成分、纯度，避免引入有害物质；当材料达到纳米尺度，因其具有极小尺寸和极大表面积，物质表面原子数相对比例增大，单原子的表面能迅速提高，这种形态的变化反馈到物质结构和性能上，就会显示奇异的效应，即“纳米效应”，如：物质的光谱特性的变化，从而产生光谱吸收和辐射频率或波长的“蓝移”和“宽化”现象，强度也相应提高；物质的表面能的提高，粒子的表面原子更为活跃，从而引起化学活性增强，不仅使相应功能物质的吸附性、抗菌性、吸波率等功能特性显著提高，而且其制成的功能性纳米复合纤维所需添加的功能成分也可以明显减少，从而提高制品成品率、经济性，并有利于保持或提高复合纤维的常规性能。

③本发明提供了目前为止最为经济有效地解决纳米陶瓷粉分散方法，尤其是在聚合物载体中的均匀、纳米分散方法。由于纳米颗粒具有极高的表面能和活性，特别是在空气中有极性水分子存在的情况下，极易发生自身团聚或与水分子作用而聚集，变成非纳米尺度的较大团聚体，如果不能有效将其分散并稳定，不仅影响其纳米效应的发挥，还由于其成为较大的无机物团聚体很难在有机高分子聚合物中均匀分散和有效添加，从而严重影响复合材料和纤维的功能性和常规物理性能，目前的技术，包括一些用有机分散剂、偶联剂等干法进行高速

搅拌、熔混等表面处理方法，均不能有效解决这些问题，无法真正做到纳米尺度的均匀分散。本发明方法的特殊之处在于：首先将纳米陶瓷粉体在水中分散，用砂磨或球磨的方法经过粉体粉碎、解团聚和表面润湿过程，粒子通过与阴离子表面活性剂的作用而分离，从而有效阻止粒子再团聚，进而形成水溶胶状态的纳米分散体系，即分散度小于100nm的稳定水溶胶态陶瓷浆料；然后，在一定的工艺条件下，含有纳米陶瓷粒子的水分散相与含有机分散剂的油相形成水、油两相混合体系，通过添加阳表面活性剂的化学反应作用，使得水中纳米分散陶瓷粒子从水相分离而进入油相，同时与聚乙烯蜡结合形成有机微胶囊包覆纳米陶瓷粒子颗粒，并与纤维载体聚丙烯粉结合成大颗粒，取出烘干而成为干燥、颗粒状、有机微胶囊包覆的纳米陶瓷预分散前驱体。上述方法有效实现纳米陶瓷粒子以纳米分散状态稳定结合在聚合物载体中，并在后续的高温熔融、捏合、挤出造粒和纺丝过程中，持续稳定保持陶瓷粒子的纳米分散状态，进而获得纳米陶瓷复合聚合物母粒和纤维。图1~3给出了该方法获得的纳米陶瓷水分散浆料、复合母粒和复合纤维的电子显微形貌。

④本发明特点还在于优选纤维级高融指聚丙烯为功能纤维载体聚合物，其熔融指数为25~55g/10min，尤其在预分前驱体制备过程中，采用粉状聚丙烯，易于均匀地与细小颗粒状的纳米陶瓷包覆颗粒相结合和混合，再结合上述独特的工艺配方、分散方法和复合造粒方案，经高速纺丝过程而制成真正细旦甚至超细旦的丙纶多功能纤维，单丝纤度可达0.5D，断裂强度大于2.5 N/dtex，最高可达3.5cN/dtex以上，本发明复合纤维中的纳米陶瓷含量还可依据功能性能要求实现更高浓度添加并与载体聚合物牢固结合，最高添加量可达15%甚至更高，且纤维常规性能不受影响，有效保证了纳米陶瓷复合细旦和超细旦丙纶纤维的优良的可纺性、功能性和应用要求，可与任何其它纺织原料（甚至真丝）混合织造，体现出其纤维织物独特的“芯吸效应”，排汗导湿效果显著，手感、质感和舒适感优异。

⑤本发明与目前技术的不同之处还在于：本发明复合纤维及其纺织品最大限度地发挥出功能添加剂 ZrO_2 及功能增强调节剂 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂等纳米陶瓷功能材料与细旦丙纶二者的优越多功能特性，部分或全部采用本发明的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，尤其是将其与其它纺织原料，如：棉、涤纶、锦纶、氨纶、羊毛、再生纤维等，采用机织、针织等工艺混合织造，将功能性细旦丙纶纤维构成与人体皮肤接触面的双面织物，还具有极为显著的排汗导湿功能。因而，本发明纤维纺织品具有发射生物波光子能量、抗紫外线、抗菌、吸收和阻隔近红外线及排汗导湿等多种功能，赋予制品抗菌卫生、能量保健、隔热防晒、蓄热保温、干爽舒适等多种功效，其多功能织物包括：运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具等。

附图说明

图1为本发明提供的纳米陶瓷水分散体系的TEM显微形貌（直径小于100nm）。

图2为本发明提供的纳米陶瓷复合母粒的SEM显微形貌（颗粒分散小于100nm）。

图3为本发明提供的纳米陶瓷复合纤维的SEM显微形貌（颗粒分散小于100nm）。

具体实施方式

本发明提供的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，其特征在于：该纤维含有下列原料组分：

- 纳米陶瓷粉：12~45重量份
- 聚丙烯：250~270重量份
- 聚乙烯蜡：2~18重量份；

所述纳米陶瓷粉成分为 ZrO_2 ，或 ZrO_2 与 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂中一种或几种的混合，其中 ZrO_2 不小于10重量份，该纳米陶瓷功能成分中 ZrO_2 为基本多功能添加剂，还可以根据功能应用要求，选择纳米 ZrC 、 TiO_2 和 Ag^+ 抗菌剂中的一种或几种为功能增强调节剂，纤维成分中聚乙烯蜡为分散剂、高熔指聚丙烯为纤维载体；将上述纳米陶瓷粉经水相分散，制成纳米分散水溶胶态陶瓷浆料，然后再与聚乙烯蜡、聚丙烯和溶剂油混合，形成水、油两相混合体系，经化学反应后，产物烘干成为干燥的纳米陶瓷预分散前驱体；将纳米陶瓷预分散前驱体经复合母粒制备、复合切片制备和纺丝后，形成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维。所述的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的单丝纤度0.5~1.5D，纤维断裂强度大于2.5cN/dtex；所采用的纳米陶瓷粉的粒径及其在复合母粒和复合细旦丙纶多功能纤维中的分散度小于100nm。

该纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维的制备工艺流程如下：

纳米陶瓷粉配料→纳米陶瓷粉水相分散→预分散前驱体制备→复合纤维母粒制备→复合纤维切片制备→高速纺丝→多功能纤维织物。具体步骤如下：

1) 纳米陶瓷粉水相分散：将10~45重量份的纳米陶瓷粉、阴离子表面活性剂和水，在常温下经球磨或砂磨制成浓度为5~30wt%的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料；所述的阴离子表面活性剂采用脂肪酸酯磺酸盐，用量为纳米陶瓷重量的2~6wt%；

2) 纳米陶瓷预分散前驱体制备：在水中添加2~18重量份聚乙烯蜡、0~80重量份粉状聚丙烯和溶剂油搅拌，60~95℃下水中形成含蜡油相体系；将步骤1)中的纳米分散水溶胶态陶瓷浆料加入到含蜡油相体系中，经搅拌，形成水、油两相混合体系；然后添加阳离子表面活性剂，经化学反应后形成的产物烘干，获得纳米陶瓷预分散前驱体；所述的粉状聚丙烯熔融指数25~55g/10min，阳离子表面活性剂为松香胺，溶剂油标号为100~120号；松香胺、溶剂油和水的用量按纳米陶瓷粉重量计，分别为2~6wt%、30~80wt%和4~20倍；

3) 纳米陶瓷复合纤维母粒制备：将步骤2)所得的纳米陶瓷预分散前驱体在180~220℃下经过螺杆挤出机熔融、捏合、挤出，制成纳米陶瓷复合聚丙烯母粒；

4) 纳米陶瓷复合纤维切片制备：将步骤3)中得到的纳米陶瓷复合聚丙烯母粒与剩余重量份熔融指数为25~55g/10min的聚丙烯切片混合，经螺杆挤出机熔融、捏合、挤出、切粒后制成纳米陶瓷复合纤维切片；

5) 纳米陶瓷复合细旦丙纶高速纺丝：将步骤4)中制备的纳米陶瓷复合聚丙烯纤维切片，经熔融纺丝和变形工艺，制成纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，熔融纺丝的速度为2500~

3200m/s, 温度260~300°C。

部分或全部采用该纤维可制成各种多功能纤维纺织品。这种多功能纤维纺织品最大限度地结合和发挥出所述纳米陶瓷材料和细旦丙纶的多功能特性, 具有发射生物波光子能量、抗紫外线、抗菌、吸收和阻隔近红外线及排汗、导湿等多种功能, 从而赋予纤维制品抗菌卫生、能量保健、隔热防晒、蓄热保温、干爽舒适等多种功用, 该多功能纤维纺织品包括: 运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具等。

下面举出几个具体的实施例对本发明作进一步的说明。

实施例1:

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维, 组分含重量份260份聚丙烯、30份 ZrO_2 和9份聚乙烯蜡, 其中 ZrO_2 纳米陶瓷粉粒径为20~80nm、聚丙烯熔融指数45g/10min。首先, 称量30份 ZrO_2 纳米陶瓷粉, 添加陶瓷粉重量的2wt%的油酸乙基酯磺酸钾和水, 球磨30hr获得浓度为30wt%的纳米陶瓷水分散浆料; 水中加入9份聚乙烯蜡、25份粉状聚丙烯和120号溶剂油, 溶剂油和水的用量分别为陶瓷粉重量的35wt%和15倍, 在60~95°C下加入上述陶瓷浆料搅拌, 形成水、油两相混合体系, 然后添加陶瓷粉重量2wt%的松香胺, 通过化学反应, 纳米陶瓷粒子从水相分离并被聚乙烯蜡包覆而进入油相, 同时与聚丙烯粉结合形成大颗粒, 在95°C下恒温2hr挥发出溶剂油, 再冷却至60°C以下取出, 在85°C下烘干48hr获得干燥颗粒状的纳米 ZrO_2 复合聚合物预分散前驱体; 该预分散前驱体在200°C下经螺杆挤出机熔融、捏合、挤出和切粒等工序, 制成纳米陶瓷复合聚丙烯母粒; 将该母粒与剩余的235份聚丙烯切片混合经螺杆挤出机二次熔融、共混和切粒制成复合聚丙烯纤维切片; 290°C、2800m/s条件下高速纺丝, 获得组分要求的 ZrO_2 纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维, 纤维规格75D/72f (单丝纤度1.0D), 强度大于3.0 cN/dtex。采用含40wt%该功能纤维和60wt%棉的针织布料可制成男女内衣衫等制品, 试验检测: 陶瓷粒子及其纤维面料, 常温度下发射2~25 μm 的生物波光子能量, 其全波段发射率分别达到92%和86%, 对金黄色葡萄球菌和大肠杆菌抑菌率分别为67~100%和65~80%, 紫外线透过率为7~25%, 因而具有抗菌、抗紫外线和发射生物波光子能量等多功能特性。生物医学和人体实验表明: ZrO_2 纳米陶瓷及其纤维制品对生物体安全, 作用于人体产生温热效应, 与普通棉布料比较, 20分钟内皮肤温度升高0.58~0.95°C, 可促进血液循环、改善微循环, 增强新陈代谢, 活化细胞组织, 调节人体经络平衡, 有明显的医疗保健效用, 临床试验对一些常见病痛有效率达87%。另外, 将 ZrO_2 纳米陶瓷复合细旦丙纶作为织物产品的内层, 即皮肤接触面, 由于丙纶疏水、棉吸水特性, 因而皮肤表面的汗液即可迅速迁移到吸水的棉纤维外表面, 从而具有显著的排汗导湿效果。

实施例2:

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维, 组分含重量份270份聚丙烯、10份 ZrO_2 、15份 TiO_2 和12份聚乙烯蜡, 其中 ZrO_2 、 TiO_2 纳米陶瓷粉粒径为10~60nm, 聚丙烯的熔融指数35g/10min。按陶瓷粉组成要求分别称量 ZrO_2 、 TiO_2 纳米陶瓷粉, 添加陶瓷粉重量的6wt%的可可油酸乙基

酯磺酸钠和水,分别球磨30hr获得浓度为30wt%和4wt%的纳米陶瓷水分散浆料;水中分别加入3份和9份聚乙烯蜡、20份和30份粉状聚丙烯和100号溶剂油,溶剂油和水的用量分别为陶瓷粉重量的30wt%和80wt%、4倍和10倍,经过与实施例1相同反应、包覆处理工艺流程,分别制成干燥颗粒状的 ZrO_2 和 TiO_2 复合聚合物预分散前驱体,然后将二者搅拌混合,该过程中松香胺的添加量分别为 ZrO_2 、 TiO_2 纳米陶瓷粉重量的2wt%和6wt%;将以上所得的混合预分散前驱体在 $220^\circ C$ 下经双螺杆挤出机熔融、捏合、挤出和切粒,制成复合聚丙烯母粒;该母粒与剩余220份聚丙烯切片混合,二次熔融、共混、挤出、切粒制成复合聚丙烯纤维切片; $270^\circ C$ 、 $2900m/s$ 条件下纺丝,获得组分要求的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维,纤维规格50D/72f(单丝纤度0.7D),强度大于 $2.5cN/dtex$ 。采用含40wt%该功能纤维和60wt%棉的梭织布料,试验检测:纤维面料常温下发射 $2-25\mu m$ 的生物波光子能量,其全波段发射率达到87%,紫外线吸收率达到99.82%,并有一定的抗菌效果。该梭织布料可制成的床单、被套等床上用品,同样具有生物波光子能量保健功效,以及良好的保温和卫生性能;用于衬衫等制品不仅具有能量保健功能,还有良好的防晒、导汗和卫生作用;用该功能纤维为内层,与涤纶或锦纶的织成的针织面料制成户外运动休闲服装,贴身穿着具有防晒、保健、卫生和排汗作用,尤其针对户外服饰具有抗紫外线作用,对体育运动人员有缓解疲劳酸痛、提升运动机能的功效。

实施例3:

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维,重量组分为255份聚丙烯、10份 ZrO_2 及2份 ZrC 、2份聚乙烯蜡,其中 ZrO_2 、 ZrC 纳米陶瓷粉粒径为 $20\sim 60nm$,聚丙烯的熔融指数 $55g/10min$ 。按陶瓷粉组成要求称量 ZrO_2 、 ZrC 纳米陶瓷粉混合加入水中,添加陶瓷粉重量的3wt%的油酸乙基酯磺酸钾和水,球磨36hr获得浓度为20wt%的纳米陶瓷水分散浆料;水中加入2份聚乙烯蜡和120号溶剂油,溶剂油和水的用量分别为陶瓷粉重量的35wt%和10倍,用与实施例1相同工艺流程,经过陶瓷粉的水相湿法分散处理和有机包覆处理两个工艺过程,制成干燥颗粒状的 ZrO_2 和 ZrC 复合聚合物的预分散前驱体; $210^\circ C$ 下经螺杆挤出机制成纳米陶瓷复合聚丙烯母粒和复合聚丙烯纤维切片; $300^\circ C$ 、 $3200m/s$ 条件下纺丝,获得组分要求的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维,纤维规格35D/72f(单丝纤度0.5D),强度可达 $3.5cN/dtex$ 。该纤维同样具有上述的保健、卫生、排汗功能,由于含 ZrC 作为功能调节剂, ZrC 对近红外线热射线具有更强的吸收作用,从而增强其纺织品的蓄热保温性能,对人体皮肤表面温度的提升可高达 $2^\circ C$ 以上。采用含25~35wt%该功能纤维和棉或锦纶、氨纶直接织成袜子和运动护具等局部使用产品,其更强的温热作用不仅显著提升局部关节等保暖效果,更可强化局部血液循环和微循环,起康复和辅助医疗作用;采用该纤维制成的冬季内衣产品,具有更为理想的蓄热保暖功效。

实施例4:

纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维,组分为重量份250份聚丙烯,20份 ZrO_2 、20份 TiO_2 、3份 ZrC 和2份 Ag^+ 无机抗菌剂,18份聚乙烯蜡,其中 ZrO_2 、 TiO_2 纳米陶瓷粉粒径为 $20\sim 60nm$, ZrC 、 Ag^+ 无机抗菌剂陶瓷粉粒径为 $50\sim 100nm$,聚丙烯的熔融指数 $25g/10min$ 。按陶瓷粉组成

要求，分别称量 ZrO_2 、 TiO_2 、 ZrC 和 Ag^+ 抗菌剂纳米陶瓷粉，用与实施例2相同工艺流程，经过陶瓷粉体的水相湿法分散处理和包覆处理方法分别制成干燥、小颗粒状、被聚乙烯蜡包覆的 ZrO_2 、 TiO_2 、 ZrC 和 Ag^+ 抗菌剂包覆聚合物的预分散前驱体，聚乙烯蜡用量分别为6份、9份、2份和1份；将上述所得的复合聚合物预分散前驱体与80份聚丙烯粉共同搅拌混合，在 $180^\circ C$ 下用双螺杆塑料捏合机熔融、捏合、挤出和切粒制成纳米陶瓷复合聚丙烯母粒；然后将所得母粒与170份聚丙烯切片混合二次熔融、共混、挤出和切粒制成复合聚丙烯纤维切片； $265^\circ C$ 、 $2500m/s$ 下高速纺丝，获得配方要求的纳米陶瓷复合细旦丙纶多功能纤维，纤维规格110D/72f（单丝纤度1.5D），强度大于 2.5 cN/dtex 。该功能纤维由于配方中含 TiO_2 、 ZrC 和 Ag^+ 抗菌剂等多种功能调价剂，从而强化了抗紫外线、吸收近红外线和抗菌效果，而成为性能更为突出的多功能纤维；由于多种功能成分协同作用，其纤维纺织品的生物波能量发射率大于85%、抗紫外线UPF大于40（极佳防护效果）、近红外线全波段吸收率 $65\sim 97\%$ 、广谱抗菌率大于99%，均具有极佳效果，适合各种多功能应用，赋予制品优异的抗菌卫生、能量保健、抗紫外线、隔热防晒、蓄热保温、干爽舒适等多种功能特性，其多功能纺织品制品包括：运动休闲服饰、内衣、床上用品、衬衫、袜子及各种护具等。

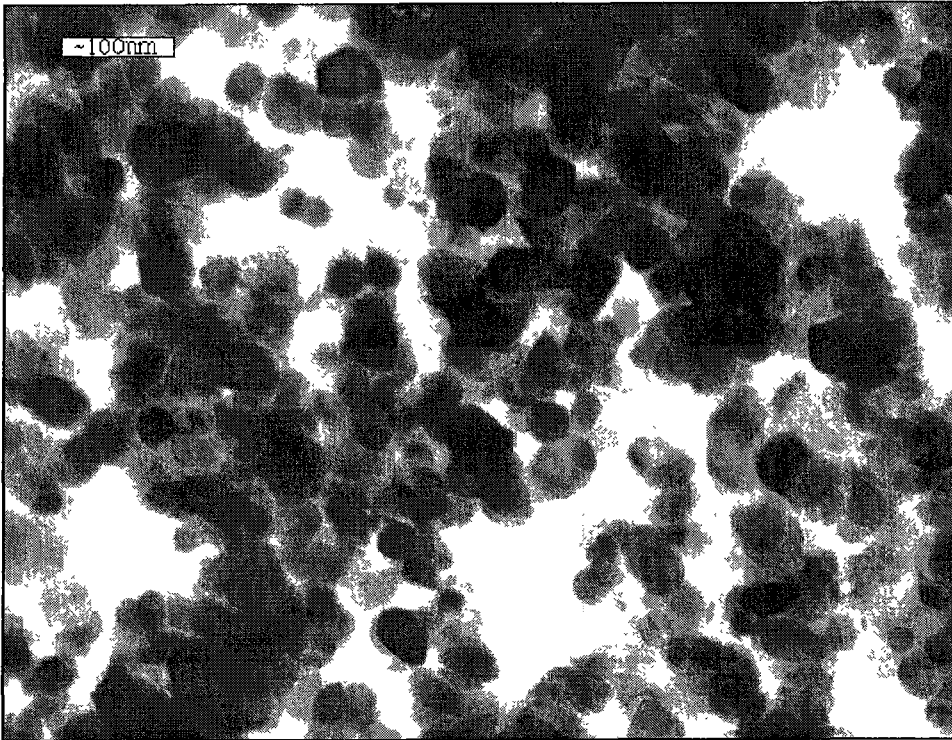


图1

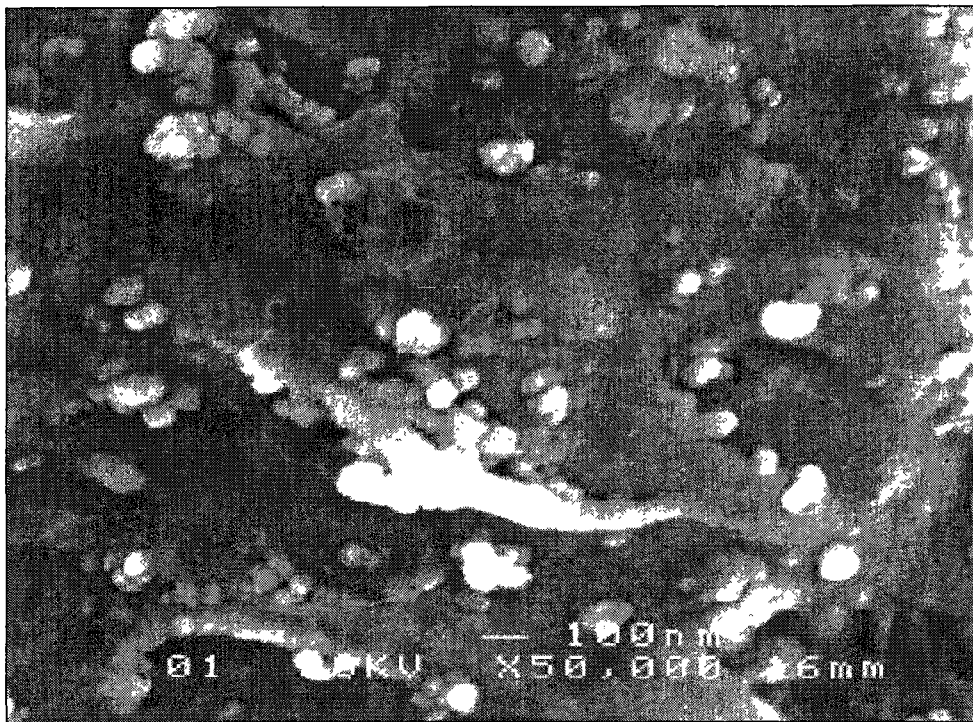


图2

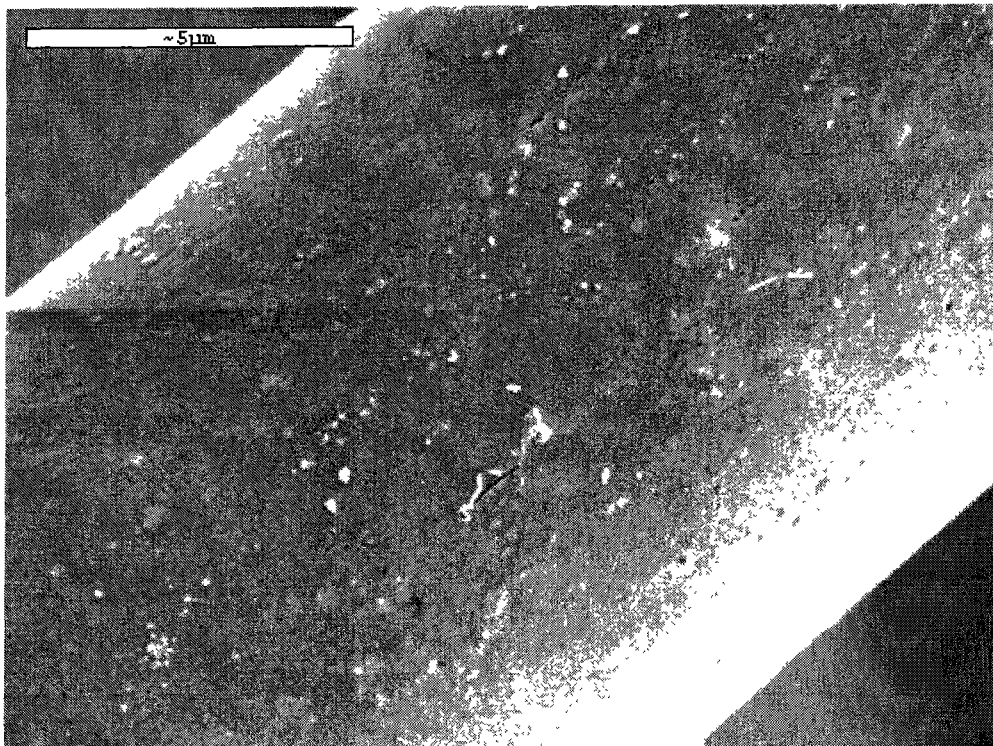


图3