



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113372719 A

(43) 申请公布日 2021.09.10

(21) 申请号 202110876042.1

(22) 申请日 2021.07.30

(71) 申请人 深圳陶陶科技有限公司

地址 518000 广东省深圳市前海深港合作区前湾一路1号A栋201室(入驻深圳市前海商务秘书有限公司)

(72) 发明人 肖升 吴沙鸥 钟丽萍

(74) 专利代理机构 深圳国新南方知识产权代理有限公司 44374

代理人 李小东

(51) Int. Cl.

C08L 81/02 (2006.01)

C08K 9/10 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

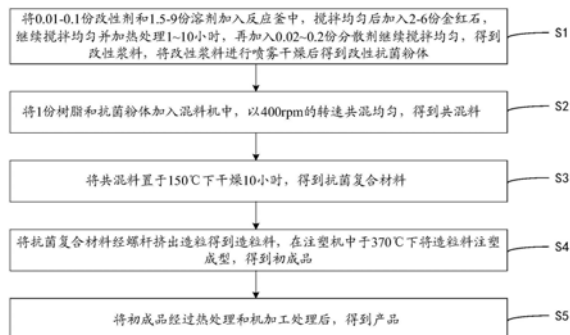
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

抗菌复合材料、其配方及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种抗菌复合材料、其配方及其制备方法,该抗菌复合材料的配方包括如下按重量份计的原料组分:树脂1份、金红石2-6份、改性剂0.01-0.2份、溶剂1.5-9份以及分散剂0.02~0.2份,树脂包括:聚苯硫醚、聚苯醚、聚甲基丙烯酸甲酯、聚邻苯二酰胺以及聚对苯二甲酸乙二酯中的一种或多种,金红石的中位径为60-800nm。本发明的抗菌复合材料的抗菌率为95-99.99%,在60°角下的光泽度为160-240GU,能够满足人们对外观件及结构件的抗菌及审美要求。



1. 一种抗菌复合材料的配方,其特征在于,包括如下按重量份计的原料组分:树脂1份、金红石2-6份、改性剂0.01-0.2份、溶剂1.5-9份以及分散剂0.02~0.2份,所述树脂包括:聚苯硫醚、聚苯醚、聚甲基丙烯酸甲酯、聚邻苯二酰胺以及聚对苯二甲酸乙二酯中的一种或多种,所述金红石的中位径为60-800nm。

2. 根据权利要求1所述的配方,其特征在于,所述金红石的中位径为80~100nm。

3. 根据权利要求1所述的配方,其特征在于,所述溶剂为去离子水,所述分散剂为苯甲酸钠,所述改性剂为氧化硅溶胶,所述氧化硅溶胶的中位径为20-100nm。

4. 一种抗菌复合材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1:将0.01-0.2份改性剂和1.5-9份溶剂加入反应釜中搅拌均匀后加入2-6份金红石,继续搅拌均匀并加热处理1~10小时,再加入0.02~0.2份分散剂继续搅拌均匀,得到改性浆料,将所述改性浆料进行喷雾干燥后得到改性抗菌粉体;

步骤S2:将1份树脂和所述改性抗菌粉体加入混料机中,以400rpm的转速共混均匀,得到共混料;

步骤S3:将共混料置于150℃下干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;

步骤S4:在注塑机中于370℃下将所述颗粒料注塑成型,得到初成品;

步骤S5:将所述初成品经过热处理和机加工处理后,得到抗菌复合材料。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,在所述步骤S1中,所述金红石的中位径为60-800nm,所述溶剂为去离子水,所述分散剂为苯甲酸钠,所述改性剂为氧化硅溶胶,所述氧化硅溶胶的中位径为20-100nm。

6. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,在所述步骤S5中,热处理温度为300-380℃,热处理时间为6-20小时。

7. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,在所述步骤S5中,所述热处理包括热等静压处理、温等静压处理、热压处理以及无压热处理中的一种或多种。

8. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,在所述步骤S5中,所述机加工处理包括CNC加工、抛光处理、镀膜处理以及电镀处理中的一种或多种。

9. 一种抗菌复合材料,其特征在于,采用如权利要求4-8任一项所述的抗菌复合材料的制备方法制备得到。

10. 根据权利要求9所述的抗菌复合材料,其特征在于,所述抗菌复合材料的抗菌率为95-99.99%,在60°角下的光泽度为160-240GU。

抗菌复合材料、其配方及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及树脂复合材料技术领域,具体涉及一种抗菌复合材料、其配方及其制备方法。

背景技术

[0002] 新发传染病引发的公共卫生事件已成为全球安全关注的前沿问题,随着科技的不断进步,人们对抗菌材料进行了深入研究。在人们日常生活中,一些产品的外观件、结构件受到人们更多的关注,人们对这些产品不止于仅仅是审美上的需求,还期望其具有抗菌性能,从而减小传染性疾病的传播,保证用户安全。

[0003] 现有的有机无机抗菌复合材料中,一般采用纳米锐钛矿二氧化钛作为无机抗菌剂。纳米锐钛矿二氧化钛在光催化作用下具有较强的光催化活性,能产生较多杀死并分解细菌的活性氧基团,但是,纳米锐钛矿二氧化钛产生的强氧化活性基团可以实现杀菌的同时也会导致高分子化合物基材的分解,从而影响了复合材料外观件或结构件的外观和长期使用性能。另外,由于锐钛矿二氧化钛为多孔结构,纳米锐钛矿二氧化钛抗菌复合材料的外观色泽比较暗淡,强度也比较低,用作外观件时缺乏对消费者的吸引力,用作结构件时强度不够。

[0004] 鉴于此,提供一种新的抗菌复合材料、其配方及其制备方法成为本领域亟待解决的技术问题。

发明内容

[0005] 本发明提供一种抗菌复合材料、其配方及其制备方法,抗菌复合材料的光泽度高且具有抗菌性能,适用于外观件和结构件。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用的一个技术方案是:

[0007] 一种抗菌复合材料的配方,包括如下按重量份计的原料组分:树脂1份、金红石2-6份、改性剂0.01-0.2份、溶剂1.5-9份以及以及分散剂0.02~0.2份,所述树脂包括:聚苯硫醚、聚苯醚、聚甲基丙烯酸甲酯、聚邻苯二酰胺以及聚对苯二甲酸乙二酯中的一种或多种,所述金红石的中位径为60-800nm。

[0008] 优选地,所述金红石的中位径为80-100nm。

[0009] 优选地,所述溶剂为去离子水,所述分散剂为苯甲酸钠,所述改性剂为氧化硅溶胶,所述氧化硅溶胶的中位径为20-100nm。

[0010] 为解决上述技术问题,本发明采用的另一个技术方案是:

[0011] 一种抗菌复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 步骤S1:将0.01-0.2份改性剂和1.5-9份溶剂加入反应釜中,搅拌均匀后加入2-6份金红石,继续搅拌均匀并加热处理1~10小时,再加入0.02~0.2份分散剂继续搅拌均匀,得到改性浆料,将所述改性浆料进行喷雾干燥后得到改性抗菌粉体;

[0013] 步骤S2:将1份树脂和所述改性抗菌粉体加入混料机中,以400rpm的转速共混均

匀,得到共混料;

[0014] 步骤S3:将共混料置于150℃下干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;

[0015] 步骤S4:在注塑机中于370℃下将所述颗粒料注塑成型,得到初成品;

[0016] 步骤S5:将所述初成品经过热处理和机加工处理后,得到抗菌复合材料。

[0017] 优选地,在所述步骤S1中,所述金红石的中位径为60-800nm,所述溶剂为去离子水,所述分散剂为苯甲酸钠,所述改性剂为氧化溶凝胶,所述氧化硅溶胶的中位径为20-100nm。

[0018] 优选地,在所述步骤S5中,热处理温度为300-380℃,热处理时间为6-20小时。

[0019] 优选地,在所述步骤S5中,所述热处理包括热等静压处理、温等静压处理、热压处理以及无压热处理中的一种或多种。

[0020] 优选地,在所述步骤S5中,所述机加工处理包括CNC加工、抛光处理、镀膜处理以及电镀处理中的一种或多种。

[0021] 为解决上述技术问题,本发明采用的再一个技术方案是:

[0022] 一种抗菌复合材料,采用所述的抗菌复合材料的制备方法制备得到。

[0023] 进一步地,所述抗菌复合材料的抗菌率为95-99.99%,在60°角下的光泽度为160-240GU。

[0024] 本发明的有益效果是:通过将树脂与改性的金红石作为原料进行复合制备兼具有高光泽度和抗菌性能的复合材料,不仅解决了在光催化作用下,金红石产生的活性氧基团与树脂不能共存的问题,还提高了抗菌复合材料的光泽度和强度,使制备的抗菌复合材料能够满足人们对外观件及结构件的抗菌及审美要求。

附图说明

[0025] 图1是本发明实施例的抗菌复合材料的制备方法的流程示意图。

具体实施方式

[0026] 本发明的实施例一方面提供了一种抗菌复合材料的配方,该抗菌复合材料的配方包括如下按重量份计的原料组分:树脂1份、金红石2-6份、改性剂0.01-0.2份、溶剂1.5-9份以及分散剂0.02~0.2份,其中,树脂包括:聚苯硫醚、聚苯醚、聚甲基丙烯酸甲酯、聚邻苯二甲酰胺以及聚对苯二甲酸乙二酯中的一种或多种。

[0027] 本实施例的金红石含有纳米二氧化钛,在光催化作用下使细菌分解而达到抗菌效果。金红石型二氧化钛相对于其他晶型,其抗菌性能较差但是致密度高,强度高,替代常用的锐钛矿二氧化钛,提高复合材料的光泽度和强度。本发明实施例采用金红石与树脂进行复合,通过金红石改性处理以将金红石进行包覆处理,改性的金红石防止金红石在发挥抗菌作用时产生的活性氧基团分解有机物基材,解决了二氧化钛与树脂的共存问题。

[0028] 金红石型二氧化钛抗菌原理:由于纳米二氧化钛的电子结构特点为一个满TiO₂的价带和一个空的导带,在水和空气的体系中,纳米二氧化钛在阳光尤其是在紫外线的照射下,当电子能量达到或超过其带隙能时。电子就可从价带激发到导带,同时在价带产生相应的空穴,即生成电子、空穴对,在电场的作用下,电子与空穴发生分离,迁移到粒子表面的不同位置,发生一系列反应,吸附溶解在TiO₂表面的氧俘获电子形成O₂⁻,生成的超氧化物阴离

子自由基与多数有机物反应(氧化)。同时能与细菌内的有机物反应,生成 CO_2 和 H_2O ;而空穴则将吸附在 TiO_2 表面的 OH 和 H_2O 氧化成 $\cdot\text{OH}$ (羟基自由基), $\cdot\text{OH}$ 有很强的氧化能力,攻击有机物的不饱和键或抽取 H 原子产生新自由基,激发链式反应,最终致使细菌分解。

[0029] 进一步地,金红石的中位径为60-800nm,优选地,金红石的中位径为80-100nm。金红石粒径越小,二氧化钛比表面积越大,所暴露出的价带和一个空的导带更多,更能吸附溶解在 TiO_2 表面的氧俘获电子形成 O_2^- ,使其氧化分解细菌的能力更强。本实施例通过激光粒度仪测试金红石的粒度,金红石的中位径为金红石的累计粒度分布百分数达到50%时所对应的粒度。

[0030] 进一步地,溶剂为去离子水,改性剂为氧化硅溶胶,氧化硅溶胶的中位径为20-100nm。

[0031] 从其抗菌机理分析看出,纳米二氧化钛在光催化的作用下,会加速一些高分子化合物的分解,因而,金红石型二氧化钛在光催化的作用下产生的强氧化物能够分解树脂。本实施例通过氧化硅溶胶对金红石进行改性处理,目的是将金红石进行包覆处理,使得复合材料既能保持高光泽度也能在光催化的作用下抗菌,在抗菌时将二氧化钛产生的强氧化物进行包覆以解决光催化的作用下二氧化钛产生的强氧化物分解树脂的问题。

[0032] 本发明的实施例另一方面提供了一种抗菌复合材料的制备方法,请参见图1,该制备方法包括以下步骤:

[0033] 步骤S1:将0.01-0.2份改性剂和1.5-9份溶剂加入反应釜中,搅拌均匀后加入2-6份金红石,继续搅拌均匀并加热处理1~10小时,再加入0.02~0.2份分散剂继续搅拌均匀,得到改性浆料,将改性浆料进行喷雾干燥后得到改性抗菌粉体。

[0034] 在步骤S1中,溶剂为去离子水,分散剂为苯甲酸钠,改性剂为氧化硅溶胶,金红石的中位径为60-800nm,氧化硅溶胶的中位径为80-100nm。将0.01-0.2份氧化硅溶胶和1.5-9份去离子水加入反应釜中搅拌2小时后加入2-6份金红石,继续搅拌并加热处理1~10小时,再加入0.02~0.2份苯甲酸钠继续搅拌均匀,得到改性浆料。

[0035] 步骤S2:将1份树脂和抗菌粉体加入混料机中,以400rpm的转速共混均匀,得到共混料。

[0036] 在步骤S2中,树脂包括:聚苯硫醚、聚苯醚、聚甲基丙烯酸甲酯、聚邻苯二酰胺以及聚对苯二甲酸乙二酯中的一种或多种,优选为聚苯硫醚。

[0037] 步骤S3:将共混料置于150℃下干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料。

[0038] 步骤S4:在注塑机中于370℃下将颗粒料注塑成型,得到初成品。

[0039] 步骤S5:将初成品经过热处理和机加工处理后,得到抗菌复合材料。

[0040] 在步骤S5中,热处理温度为300-380℃,热处理时间为6-20小时。优选地,热处理温度为320-360℃。热处理包括热等静压处理、温等静压处理、热压处理以及无压热处理中的一种或多种。机加工处理包括CNC加工、抛光处理、镀膜处理以及电镀处理中的一种或多种。

[0041] 本发明实施例的抗菌复合材料的制备方法简单、成本较低,易于进行大规模工业化生产。

[0042] 本发明的实施例还提供了一种抗菌复合材料,采用上述的抗菌复合材料的制备方法制备得到。抗菌复合材料为白色,抗菌复合材料的抗菌率为95-99.99%,在60°角下的光泽度为160-240GU。优选地,抗菌复合材料的抗菌率为95-99%,在60°角下的光泽度为170-

230GU。

[0043] 本实施例的抗菌复合材料的抗菌机制是金红石二氧化钛在光催化作用下能迅速有效地分解构成细菌的有机物及细菌赖以生成繁殖的有机营养物,抑制生长;光催化生成 $\cdot\text{OH}$ 和 $\cdot\text{O}^{2-}$ 能轰击微生物, $\cdot\text{OH}$ 有很强的氧化能力,攻击有机物的不饱和键或抽取H原子产生新自由基,激发链式反应,从而损坏细胞结构或使细菌表面产生空洞使RNA和蛋白质的缓慢泄漏从而杀死细菌。

[0044] 本发明实施例所制备的抗菌复合材料具有良好的抗菌效果,对人体安全无毒,对皮肤无刺激性,应用范围广泛,可以应用于医疗、食品等行业;抗菌复合材料还具有很好的审美效果,可应用于外观件、结构件等,能够满足人们对外观件及结构件的抗菌与审美相结合的要求。

[0045] 实施例1

[0046] 称取0.01份的中位径20nm的氧化硅溶胶、2份中位径为150nm的金红石、3份的去离子水;将氧化硅溶胶与去离子水加入到反应釜中,搅拌2小时后,加入金红石,继续搅拌均匀并加热到60℃处理2小时,再加入0.02份苯甲酸钠继续搅拌均匀,后经喷雾干燥得到改性抗菌粉体;将上述抗菌粉体与1份聚苯硫醚加入混料机中以400rpm的转速共混8小时,得到共混料;将共混料于150℃干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;颗粒料经注塑机在370℃下注塑成型,得到初成品;将初成品于340℃下无压热处理12小时,再经硅溶胶抛光介质抛光处理30min,得到抗菌复合材料。

[0047] 实施例2

[0048] 称取0.1份的中位径60nm的氧化硅溶胶、2.6份中位径为80nm的金红石、6份的去离子水,将氧化硅溶胶与去离子水加入到反应釜中,搅拌2小时后,加入金红石,继续搅拌均匀并加热到60℃处理5小时,再加入0.1份苯甲酸钠继续搅拌均匀,后经喷雾干燥得到改性抗菌粉体;将上述抗菌粉体与1份聚苯硫醚加入混料机中以400rpm的转速共混8小时,得到共混料;将共混料于150℃干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;颗粒料经注塑机在370℃下注塑成型,得到初成品;将初成品于320℃下无压热处理20小时,再经硅溶胶抛光介质抛光处理30min,得到抗菌复合材料。

[0049] 实施例3

[0050] 称取0.2份的中位径100nm的氧化硅溶胶、6份中位径为200nm的金红石,将氧化硅溶胶与去离子水加入到反应釜中,搅拌2小时后,加入金红石,继续搅拌均匀并加热到80℃处理1小时,再加入0.2份苯甲酸钠继续搅拌均匀,后经喷雾干燥得到改性抗菌粉体;将上述抗菌粉体与1份聚苯硫醚加入混料机中以400rpm的转速共混8小时,得到共混料;将共混料于150℃干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;颗粒料经注塑机在370℃下注塑成型,得到初成品;将初成品于360℃下无压热处理6小时,再经硅溶胶抛光介质抛光处理30min,得到抗菌复合材料。

[0051] 对比例

[0052] 将3份中位径为150nm的氧化铝与1份聚苯硫醚加入混料机中以400rpm的转速共混8小时,得到共混料;将共混料在氮气气氛下于150℃干燥10小时,再经螺杆挤出造粒得到颗粒料;颗粒料经注塑机在370℃下注塑成型,得到初成品;将初成品于340℃下无压热处理12小时,再经硅溶胶抛光介质抛光处理30min,得到产品。

[0053] 本申请对实施例1-3制备的复合材料以及对比例制备的产品进行了抗菌率以及光泽度测试,其中,光泽度采用YG60高精度光泽度仪按照GB-T9754-2007标准进行测试,测试角度选取60°;抗菌试验菌种为金色葡萄球菌、大肠杆菌,采用建材行业标准JC/T897-2014《抗菌陶瓷制品抗菌性能》进行抗菌性能检测,每片陶瓷片材分别检测三次,并依照标准进行计算,当抗菌率大于等于90%时,达到行业抗菌标准。

[0054] 测试结果如表1所示:

	实施例 1		实施例 2		实施例 3		对比例	
	金色葡萄球菌	大肠杆菌	金色葡萄球菌	大肠杆菌	金色葡萄球菌	大肠杆菌	金色葡萄球菌	大肠杆菌
[0055] 抗菌率/%	97.76	98.83	96.32	96.67	95.86	95.63	35.65	36.86
光泽度 60° /GU	178		196		226		130	

[0056] 请参见表1,测试结果表明,与对比例相比,实施例1-3的配方中含有金红石(含二氧化钛),实施例1-3制备的抗菌复合材料对金色葡萄球菌和大肠杆菌的抗菌率达到95-99%,在60°角下的光泽度达到178-226GU;实施例1-3中,随着金红石的含量增加,抗菌复合材料的光泽度也相应增加,实施例1和2比实施例3的抗菌率更高,因为实施例1和2的配方中,金红石的中位径比较小,比表面积越大,能够提高抗菌效率。综上,通过上述方式,本发明实施例制备得到较高光泽度且较高抗菌率的复合材料,可适用于外观件及结构件。

[0057] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

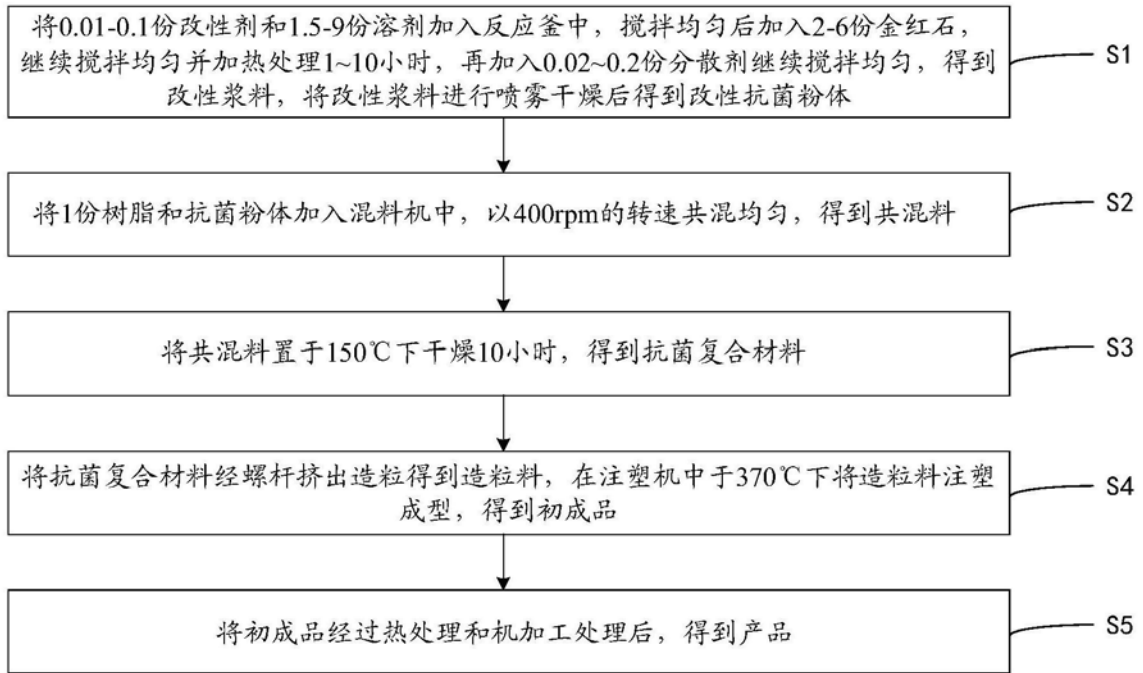


图1