



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 117818175 B

(45) 授权公告日 2024.05.24

(21) 申请号 202410005367.6

(22) 申请日 2024.01.03

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 117818175 A

(43) 申请公布日 2024.04.05

(73) 专利权人 广东创时尚智能股份有限公司

地址 515300 广东省揭阳市普宁市流沙南  
街道东埔工业区

(72) 发明人 钟汉文 钟泽霖 钟永立 钟宁卫  
钟美玲

(74) 专利代理机构 北京国源中科知识产权代理  
事务所(普通合伙) 16179

专利代理师 胡勋勋

(51) Int. Cl.

B32B 27/02 (2006.01)

B32B 27/36 (2006.01)

B32B 27/08 (2006.01)

B32B 27/12 (2006.01)

B32B 27/06 (2006.01)

B32B 9/04 (2006.01)

B32B 7/12 (2006.01)

D03D 15/283 (2021.01)

D06B 3/10 (2006.01)

D03D 15/50 (2021.01)

D01F 6/92 (2006.01)

D01F 1/10 (2006.01)

D06M 13/41 (2006.01)

D06M 11/44 (2006.01)

D06M 101/32 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 109487548 A, 2019.03.19

CN 110157160 A, 2019.08.23

CN 114575142 A, 2022.06.03

CN 116289173 A, 2023.06.23

CN 116606425 A, 2023.08.18

CN 116791231 A, 2023.09.22

CN 117107432 A, 2023.11.24

WO 2023082137 A1, 2023.05.19

刘萍;冯忠耀;杨卫忠.新型防螨抗菌聚酯纤维的开发.合成纤维.2017,(第06期),全文.

田小迪;何俊;姚佳;马琳;潘琴华;张红霞;鲁佳亮.负离子纱线和咖啡碳纱线交织物的功能性研究.现代纺织技术.2013,(第01期),全文.

审查员 李闪

权利要求书2页 说明书17页 附图1页

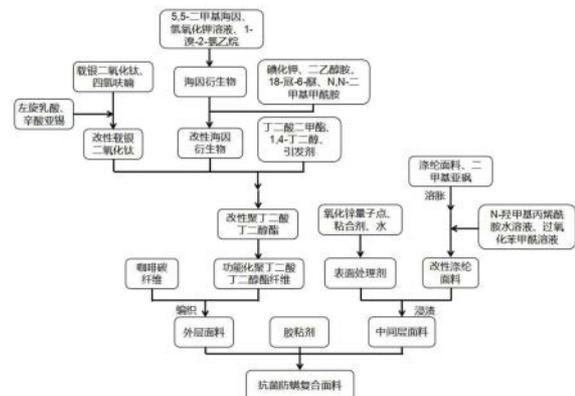
(54) 发明名称

一种抗菌防螨复合面料及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及纺织技术领域,公开了一种抗菌防螨复合面料及其制备方法。制备方法包括:将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、引发剂混合反应,得到改性聚丁二酸丁二醇酯,将其熔融纺丝,氯化反应,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维,将其纺成纱线后作为经纱,咖啡碳纤维纺成纱线作为纬纱,机织,得到外层面料;将氧化锌量子点、粘合剂、水混合,得到表面处理剂,通过表面处理剂对改性涤纶面料表面处理,得到中间层面料;将中间层面料、外层面料、通过胶粘剂复合,得到抗菌防螨复

合面料。



CN 117818175 B

1. 一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤(1)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、引发剂混合,反应,反应结束后,继续反应,反应结束后,加入溶剂溶解,溶解后加入沉淀剂沉淀,过滤,干燥,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

其中,改性载银二氧化钛,包括以下步骤制备而成:

将载银二氧化钛与四氢呋喃混合,超声,加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加完毕后,继续超声,反应,反应结束后,加入洗涤液,离心,干燥,得到改性载银二氧化钛;

载银二氧化钛与四氢呋喃的质量比为1:(9-10);载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:(0.1-0.2);左旋乳酸的加入条件为:在转速15-30r/min,室温下加入左旋乳酸;滴加条件为:在转速15-30r/min,室温下滴加5-8min;反应条件为:在真空度0.03-0.04MPa,160-170℃温度下搅拌反应7-10h;

其中,改性海因衍生物,包括以下步骤制备而成:

将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,第一次反应,反应结束后,旋蒸去除溶剂乙醇,纯化,得到海因衍生物;将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺混合,第二次反应,反应结束后,旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,纯化,得到改性海因衍生物;

5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为(95-100):(42-45):(215-220);第一次反应条件为:在80-85℃温度下第一次反应8-10h;第二次反应条件为:在100-120℃温度下第二次反应20-24h;

步骤(2)、将改性聚丁二酸丁二醇酯熔融挤出,纺丝,冷却,牵伸,短切,得到改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在次氯酸钠水溶液中,氯化反应,洗涤,干燥,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维,将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,咖啡碳纤维纺成纱线作为纬纱,机织,得到外层面料;

步骤(3)、将氧化锌量子点、粘合剂、水混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,浸渍结束后,预烘焙,烘焙,干燥,得到中间层面料;

其中,改性涤纶面料,包括以下步骤制备而成:

将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中溶胀,溶胀后取出,加入N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和过氧化苯甲酰溶液,反应,反应结束后,沥除液体组分,洗涤,浸出,干燥,得到改性涤纶面料;

涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:(5-8);溶胀条件为:在130-140℃温度下溶胀1-2h;涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:(3-5):(3-5);反应条件为:在氮气氛围中、80℃温度下反应3-5h;改性涤纶面料的克重为30-40g/m<sup>2</sup>;

步骤(4)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,碾压,水洗,干燥,风干,得到抗菌防螨复合面料。

2. 根据权利要求1所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中:丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、引发剂的质量比为(145-160):(45-60):(80-100):(8-10):(1-2);反应条件为:在氮气氛围中,170-180℃温度下反应1.5-2h;继续反应条件为:在氮气氛围中,真空度0.03-0.04MPa、170-180℃温度下继续反应4-5h。

3. 根据权利要求1所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中:熔融挤出条件为:在挤出机各区温度均为230-240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出;纺丝条件为:在速度1500-2000m/min的条件下纺丝。

4. 根据权利要求1所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中:改性聚丁二酸丁二醇酯纤维与次氯酸钠水溶液的质量比为1:(5-8);氯化反应条件为:在45℃温度下氯化反应1.5-2h;功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成的纱线纱支数为40-60S,咖啡碳纤维纺成的纱线纱支数为40S;外层面料的克重为60-80g/m<sup>2</sup>。

5. 根据权利要求1所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,所述步骤(3)中:氧化锌量子点、粘合剂、水的质量比为(25-45):(10-15):1000;浸渍操作为:将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,轧余率为100%。

6. 根据权利要求1所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法,其特征在于,所述步骤(4)中:碾压操作条件为:通过压辊对复合面料粗品在100-120℃温度下进行往复碾压3-5遍。

7. 一种采用如权利要求1-6任一项所述的一种抗菌防螨复合面料的制备方法制备得到的抗菌防螨复合面料。

## 一种抗菌防螨复合面料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纺织技术领域,具体涉及一种抗菌防螨复合面料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 面料是日常生活中不可或缺的一部分,但面料制作的纺织品经过长时间使用之后,在表面会滋生大量的细菌或微生物,从而影响实用性和安全性;近年来,螨幼虫破坏面料等纺织品的情况不断增加,医学领域对分布在人们生活环境中的尘螨引起的疾病进行研究,研究表明它是一种强烈的致敏原,其中哮喘、过敏性鼻炎和特应性皮炎等的发病都与室内尘螨的存在息息相关。

[0003] 随着人们对生活要求的不断提高,室内居住环境的变化增加了室内湿度的同时,也有利于霉菌和室内尘螨的生长。环境的改变促进了尘螨滋生,人们在室内时间的增长也增加了与尘螨等过敏原的接触,尘螨过敏性哮喘等疾病的发病率随之增加。因为日常生活中所使用的纺织品是栖息尘螨的主要地点,现有技术中通过在纺织品中加入具有杀螨或者驱螨作用的化学试剂赋予纺织品防螨驱螨功能,在使用纺织品的过程中实现防螨驱螨,但添加的防螨剂在纺织品基体中易被水洗溶出,且相容性有限,不能长效抗菌防螨,限制了材料的应用。

[0004] 现有技术如中国专利申请CN104172479A公开了一种抗菌内衣材料,通过内层、外层采用天然抗菌纤维织物,中间层采用经过抗菌复合涂料处理,其中抗菌复合涂料包括抗菌功能性无机粉体等,得到的抗菌内衣材料具有无污染、穿着舒适,长效抗菌性等作用。但其中添加的抗菌功能性无机材料虽然被外层保护,但由于其固定性有限,所以在使用过程中仍可能产生脱落,并且外层面料抗菌防螨的效果有限,限制了材料的应用。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的不足,提供一种抗菌防螨复合面料及其制备方法,该抗菌防螨复合面料具有优异的抗菌性能和优良的力学性能。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采用的技术方案如下:

[0007] 一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0008] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃混合,超声,加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加完毕后,继续超声,反应,反应结束后,加入洗涤液,离心,干燥,得到改性载银二氧化钛;

[0009] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,第一次反应,反应结束后,旋蒸去除溶剂乙醇,纯化,得到海因衍生物;将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺混合,第二次反应,反应结束后,旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,纯化,得到改性海因衍生物;

[0010] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、引发剂混合,反应,反应结束后,继续反应,反应结束后,加入溶剂溶解,溶解后加入沉淀剂沉

淀,过滤,干燥,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0011] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯熔融挤出,纺丝,冷却,牵伸,短切,得到改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在次氯酸钠水溶液中,氯化反应,洗涤,干燥,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维,将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,咖啡碳纤维纺成纱线作为纬纱,机织,得到外层面料;

[0012] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中溶胀,溶胀后取出,加入N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和过氧化苯甲酰溶液,反应,反应结束后,沥除液体组分,洗涤,浸出,干燥,得到改性涤纶面料;

[0013] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,浸渍结束后,预烘焙,烘焙,干燥,得到中间层面料;

[0014] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,碾压,水洗,干燥,风干,得到抗菌防螨复合面料。

[0015] 优选地,所述步骤(1)中:载银二氧化钛与四氢呋喃的质量比为1:(9-10);载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:(0.1-0.2);左旋乳酸的加入条件为:在转速15-30r/min,室温下加入左旋乳酸;滴加条件为:在转速15-30r/min,室温下滴加5-8min。

[0016] 优选地,所述步骤(1)中:反应条件为:在真空度0.03-0.04MPa,160-170℃温度下搅拌反应7-10h。

[0017] 优选地,所述洗涤液包括氯仿。

[0018] 优选地,所述步骤(2)中:5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为(95-100):(42-45):(215-220);第一次反应条件为:在80-85℃温度下第一次反应8-10h。

[0019] 优选地,所述步骤(2)中:海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺的质量比为(38-40):(50-52):(32-35):(11-15);第二次反应条件为:在100-120℃温度下第二次反应20-24h。

[0020] 优选地,氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10。

[0021] 优选地,制备海因衍生物的纯化操作包括:在第一次反应产物中加入水,再加入乙酸乙酯萃取,第一次反应产物、水、乙酸乙酯的体积比为1:5:3,萃取后取有机相,加入有机相体积5倍的饱和碳酸氢钠溶液洗涤,洗涤三次,再加入无水硫酸钠脱水,无水硫酸钠的质量为洗涤后的有机相质量的20%,脱水后过滤,取滤液,滤液为脱水后的有机相,加入脱水后的有机相质量8倍的热甲苯,抽滤,滤液冷却至0℃结晶,抽滤,得到海因衍生物粗产品,加入海因衍生物粗产品质量5倍的热甲苯/异丙醇混合液,冷却至0℃重结晶,抽滤;热的甲苯为60℃温度下的甲苯;热的甲苯/异丙醇混合液为60℃温度下的甲苯/异丙醇混合液,甲苯/异丙醇混合液为甲苯与异丙醇以体积比1:9混合配制而成。

[0022] 优选地,制备改性海因衍生物的纯化操作包括:在第二次反应产物中加入水,再加入乙酸乙酯萃取,第二次反应产物、水、乙酸乙酯的体积比为1:5:3,萃取后取有机相,加入有机相体积5倍的饱和碳酸氢钠溶液洗涤,洗涤三次,再加入洗涤后的有机相质量15%的无水硫酸钠脱水,脱水后过滤,取滤液,滤液通过硅胶柱层析分离;在硅胶柱层析分离中,洗脱液分别为乙酸乙酯溶液和二氯甲烷溶液,乙酸乙酯溶液和二氯甲烷溶液的体积比为3:2,乙酸乙酯溶液是由乙酸乙酯与正己烷以体积比1:1配制而成,二氯甲烷溶液是由二氯甲烷与甲醇以体积比10:1配制而成。

[0023] 优选地,所述步骤(3)中:丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、引发剂的质量比为(145-160):(45-60):(80-100):(8-10):(1-2);反应条件为:在氮气氛围中,170-180℃温度下反应1.5-2h;继续反应条件为:在氮气氛围中,真空度0.03-0.04MPa、170-180℃温度下继续反应4-5h。

[0024] 优选地,引发剂包括钛酸丁酯。

[0025] 优选地,溶解操作中所用溶剂包括氯仿。

[0026] 优选地,沉淀操作中所用沉淀剂包括正戊烷。

[0027] 优选地,所述步骤(4)中:熔融挤出条件为:在挤出机各区温度均为230-240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出;纺丝条件为:在速度1500-2000m/min的条件下纺丝。

[0028] 优选地,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的细度包括70-150D。

[0029] 优选地,所述步骤(4)中:改性聚丁二酸丁二醇酯纤维与次氯酸钠水溶液的质量比为1:(5-8);氯化反应条件为:在45℃温度下氯化反应1.5-2h。

[0030] 优选地,次氯酸钠水溶液包括20wt%次氯酸钠水溶液。

[0031] 优选地,所述步骤(4)中:咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成的纱线纱支数为40-60S,咖啡碳纤维纺成的纱线纱支数为40S。外层面料的克重为60-80g/m<sup>2</sup>;

[0032] 优选地,咖啡碳纤维包括咖啡碳涤纶长丝,规格包括75D/72f。

[0033] 优选地,所述步骤(5)中:涤纶面料与二甲基亚砜的质量比为1:(5-8);溶胀条件为:在130-140℃温度下溶胀1-2h。

[0034] 优选地,所述步骤(5)中:涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:(3-5):(3-5);反应条件为:在氮气氛围中、80℃温度下反应3-5h;改性涤纶面料的克重为30-40g/m<sup>2</sup>。

[0035] 进一步地,N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为(60-80):1。

[0036] 优选地,过氧化苯甲酰溶液包括0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L。

[0037] 优选地,洗涤操作所用的洗涤液包括热水,热水包括90℃的去离子水;浸出操作所用浸出液包括甲醇。

[0038] 优选地,所述步骤(6)中:氧化锌量子点、粘合剂、水的质量比为(25-45):(10-15):1000;浸渍操作为:将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,轧余率为100%。

[0039] 优选地,粘合剂包括粘合剂276。

[0040] 优选地,所述步骤(7)中:碾压操作条件为:通过压辊对复合面料粗品在100-120℃温度下进行往复碾压3-5遍。

[0041] 优选地,胶粘剂包括水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为45-90g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。。

[0042] 优选地,一种采用如上所述的抗菌防螨复合面料的制备方法制备得到的抗菌防螨复合面料。

[0043] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0044] 本发明通过乳酸在载银二氧化钛表面聚合,形成的聚乳酸低聚物接枝在其表面,

提高了载银二氧化钛在基体中的分散性,且不易团聚,从而提高基体抗菌防螨的能力。

[0045] 含有海因结构的卤胺化合物是一种抗菌剂,同时是一种高效的防螨剂。但由于具有海因结构的卤胺化合物其稳定性较差,易被氧化,限制了其在纺织品中的应用。本发明通过制备具有双端羟基的改性海因衍生物,将改性载银二氧化钛与改性海因衍生物引入聚丁二酸丁二醇酯的分子主链中,得到的改性聚丁二酸丁二醇酯在纺丝氯化后具有抗菌防螨效果。且载银二氧化钛具有抗紫外老化的能力,增强了卤胺化合物的稳定性,从而使改性聚丁二酸丁二醇酯具有长效的抗菌防螨能力。

[0046] 此外,由于载银二氧化钛通过官能团之间的化学键固定在聚丁二酸丁二醇酯主链上,不易脱落,提高了聚丁二酸丁二醇酯的力学性能;其表面接枝的聚乳酸可以降低聚丁二酸丁二醇酯的结晶度,提高柔韧性。

[0047] 本发明中将改性聚丁二酸丁二醇酯在纺丝氯化后,与咖啡碳纤维混纺,得到外层面料。咖啡碳纤维具有吸臭除味,释放负离子的效果,同时具有一定抗菌效果,将其作为外层面料的原料之一,对外层面料的抗菌能力起到了正向加成的作用。

[0048] 本发明中将N-羟甲基丙烯酰胺接枝涤纶,得到改性涤纶面料。改性涤纶支链上的基团可以增加分子间的作用力,使支链互相缠绕,从而在一定程度上提升了涤纶的柔韧性。将改性涤纶面料用含有氧化锌量子点表面处理剂表面处理,得到中间层面料。其中,由于氧化锌量子点本身表面具有活性羧基,可以与改性涤纶纤维支链上的氨基之间通过分子间氢键固定,使制得的中间层面料具有抗紫外、抗菌防螨的能力。通过胶粘剂将中间层面料与外层面料复合,在中间层面料的外部形成保护层,降低了氧化锌量子点的脱落量,使制得的抗菌防螨复合面料具有长效的抗菌防螨效果。

## 附图说明

[0049] 图1是本发明中制备抗菌防螨复合面料的工艺流程图;

[0050] 图2是本发明中制备的抗菌防螨复合面料的结构示意图;

[0051] 图中:

[0052] 1、外层面料;2、胶粘剂;3、中间层面料。

## 具体实施方式

[0053] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0054] 实施例1

[0055] 本实施例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0056] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:10混合,超声15min,在转速15r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间5min,滴加完毕后,继续超声15min,在真空度0.03MPa,160℃温度下搅拌反应10h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量2倍的氯仿,在3500r/min转速下离心,将离心沉淀物在50℃温度下干燥30h,得到改性载银二氧化钛;

[0057] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.1;

[0058] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在80℃温度下第一次反应10h,反应结束后,在真空度0.03MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0059] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比38:50:32:11混合,在120℃温度下第二次反应20h,反应结束后,在真空度0.03MPa、120℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0060] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为95:42:215;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;

[0061] 制备海因衍生物的纯化操作包括:在第一次反应产物中加入水,再加入乙酸乙酯萃取,第一次反应产物、水、乙酸乙酯的体积比为1:5:3,萃取后取有机相,加入有机相体积5倍的饱和碳酸氢钠溶液洗涤,洗涤三次,再加入无水硫酸钠脱水,无水硫酸钠的质量为洗涤后的有机相质量的20%,脱水后过滤,取滤液,滤液为脱水后的有机相,加入脱水后的有机相质量8倍的热甲苯,抽滤,滤液冷却至0℃结晶,抽滤,得到海因衍生物粗产品,加入海因衍生物粗产品质量5倍的热甲苯/异丙醇混合液,冷却至0℃重结晶,抽滤;热的甲苯为60℃温度下的甲苯;热的甲苯/异丙醇混合液为60℃温度下的甲苯/异丙醇混合液,甲苯/异丙醇混合液为甲苯与异丙醇以体积比1:9混合配制而成;

[0062] 制备改性海因衍生物的纯化操作包括:在第二次反应产物中加入水,再加入乙酸乙酯萃取,第二次反应产物、水、乙酸乙酯的体积比为1:5:3,萃取后取有机相,加入有机相体积5倍的饱和碳酸氢钠溶液洗涤,洗涤三次,再加入洗涤后的有机相质量15%的无水硫酸钠脱水,脱水后过滤,取滤液,滤液通过硅胶柱层析分离;在硅胶柱层析分离中,洗脱液分别为乙酸乙酯溶液和二氯甲烷溶液,乙酸乙酯溶液和二氯甲烷溶液的体积比为3:2,乙酸乙酯溶液是由乙酸乙酯与正己烷以体积比1:1配制而成,二氯甲烷溶液是由二氯甲烷与甲醇以体积比10:1配制而成;

[0063] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比160:45:100:10:2混合,在氮气氛围中,180℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.03MPa、180℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量5倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在45℃温度下干燥24h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0064] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以2000m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0065] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量5倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在35℃温度下干燥22h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线,作为经纱,纱支数为40S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0066] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为80g/m<sup>2</sup>;

[0067] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中,涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:5,在130℃温度下溶胀2h,溶胀后取出,加入0.8mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应5h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量5倍的热水洗5次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量5倍的甲醇浸出24h,在115℃温度下干燥10h,得到改性涤纶面料;

[0068] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:3:3;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为80:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为40g/m<sup>2</sup>;

[0069] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比45:15:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在40℃温度下预烘焙25min,在90℃温度下烘培5min,烘培结束后,在80℃温度下干燥25min,得到中间层面料;

[0070] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0071] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在100℃温度下进行往复碾压5遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗3次,在80℃温度下干燥30min,室温下风干30h,得到抗菌防螨复合面料;

[0072] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为90g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0073] 实施例2

[0074] 本实施例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0075] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:9混合,超声20min,在转速30r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间8min,滴加完毕后,继续超声20min,在真空度0.04MPa,170℃温度下搅拌反应7h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量1.5倍的氯仿,在5000r/min转速下离心,将离心沉淀物在60℃温度下干燥24h,得到改性载银二氧化钛;

[0076] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.2;

[0077] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在85℃温度下第一次反应8h,反应结束后,在真空度0.04MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0078] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比40:52:35:15混合,在100℃温度下第二次反应24h,反应结束后,在真空度0.04MPa、130℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0079] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为100:45:220;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0080] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比155:50:95:9:2混合,在氮气氛围中,170℃温度下反应2h,反应结束后,在真空度0.04MPa、170℃温度下继续反应5h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物

质量1.5倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量3倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在55℃温度下干燥20h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0081] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为230℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以1500m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为150D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0082] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量8倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应2h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在40℃温度下干燥20h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为40S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0083] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为60g/m<sup>2</sup>;

[0084] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砒中,涤纶面料与二甲基亚砒的质量比为1:8,在140℃温度下溶胀1h,溶胀后取出,加入0.7mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应3h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量3倍的热水洗6次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量8倍的甲醇浸出30h,在115℃温度下干燥18h,得到改性涤纶面料;

[0085] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:5:5;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为70:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为30g/m<sup>2</sup>;

[0086] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比40:14:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在50℃温度下预烘焙20min,在100℃温度下烘焙3min,烘焙结束后,在70℃温度下干燥30min,得到中间层面料;

[0087] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0088] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在120℃温度下进行往复碾压3遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗5次,在85℃温度下干燥20min,室温下风干24h,得到抗菌防螨复合面料;

[0089] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为75g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0090] 实施例3

[0091] 本实施例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0092] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:9混合,超声18min,在转速15r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间6min,滴加完毕后,继续超声18min,在真空度0.03MPa,165℃温度下搅拌反应8h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量1.5倍的氯仿,在4000r/min转速下离心,将离心沉淀物在55℃温度下干燥28h,得到改性载银二氧化钛;

[0093] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.1;

[0094] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在82℃温度下第一次反应9h,反应结束后,在真空度0.03MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0095] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比39:51:33:12混合,在110℃温度下第二次反应22h,反应结束后,在真空度0.03MPa、125℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0096] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为98:43:215;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0097] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比150:55:90:9:1混合,在氮气氛围中,175℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.03MPa、175℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量3倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在50℃温度下干燥22h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0098] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为235℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以1800m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0099] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量8倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在38℃温度下干燥21h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为50S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0100] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为70g/m<sup>2</sup>;

[0101] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中,涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:5,在135℃温度下溶胀1h,溶胀后取出,加入0.7mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应5h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量3倍的热水洗6次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量5倍的甲醇浸出26h,在115℃温度下干燥14h,得到改性涤纶面料;

[0102] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:4:4;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为70:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为35g/m<sup>2</sup>;

[0103] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比35:12:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在45℃温度下预烘焙22min,在95℃温度下烘焙4min,烘焙结束后,在75℃温度下干燥28min,得到中间层面料;

[0104] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0105] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在110℃温度下

进行往复碾压4遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗4次,在82℃温度下干燥25min,室温下风干26h,得到抗菌防螨复合面料;

[0106] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为60g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0107] 实施例4

[0108] 本实施例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0109] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:10混合,超声15min,在转速20r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间7min,滴加完毕后,继续超声15min,在真空度0.04MPa,160℃温度下搅拌反应9h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量2倍的氯仿,在4500r/min转速下离心,将离心沉淀物在50℃温度下干燥28h,得到改性载银二氧化钛;

[0110] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.2;

[0111] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在80℃温度下第一次反应9h,反应结束后,在真空度0.04MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0112] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比38:50:34:11混合,在105℃温度下第二次反应24h,反应结束后,在真空度0.04MPa、120℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0113] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为95:45:220;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0114] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比150:55:85:8:1混合,在氮气氛围中,170℃温度下反应2h,反应结束后,在真空度0.04MPa、170℃温度下继续反应5h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1.5倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量5倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在45℃温度下干燥24h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0115] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以1500m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为150D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0116] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量6倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在35℃温度下干燥22h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维,将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为40S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0117] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为60g/m<sup>2</sup>;

[0118] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砒中,涤纶面料与二甲基亚砒的质量比为1:6,在130℃温度下溶胀2h,溶胀后取出,加入0.7mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应3h,反应结束后,沥除液体

组分,加入反应产物质量3倍的热水洗5次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量5倍的甲醇浸出24h,在115℃温度下干燥18h,得到改性涤纶面料;

[0119] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:3:3;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为70:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为30g/m<sup>2</sup>;

[0120] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比30:12:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在40℃温度下预烘焙24min,在90℃温度下烘焙5min,烘焙结束后,在70℃温度下干燥30min,得到中间层面料;

[0121] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0122] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在115℃温度下进行往复碾压3遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗5次,在80℃温度下干燥30min,室温下风干28h,得到抗菌防螨复合面料;

[0123] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为45g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0124] 实施例5

[0125] 本实施例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0126] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:10混合,超声20min,在转速25r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间8min,滴加完毕后,继续超声20min,在真空度0.04MPa,170℃温度下搅拌反应8h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量2倍的氯仿,在5000r/min转速下离心,将离心沉淀物在60℃温度下干燥25h,得到改性载银二氧化钛;

[0127] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.1;

[0128] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在85℃温度下第一次反应8h,反应结束后,在真空度0.04MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0129] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比40:52:32:15混合,在115℃温度下第二次反应20h,反应结束后,在真空度0.04MPa、125℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0130] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为100:45:220;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0131] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比145:60:80:8:1混合,在氮气氛围中,180℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.04MPa、180℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量3倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在55℃温度下干燥20h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0132] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为230℃的条件下,通过

双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以2000m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0133] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在加入改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量8倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应2h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在40℃温度下干燥20h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为40S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0134] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为80g/m<sup>2</sup>;

[0135] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中,涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:8,在140℃温度下溶胀1h,溶胀后取出,加入0.6mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应5h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量3倍的热水洗5次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量6倍的甲醇浸出25h,在115℃温度下干燥15h,得到改性涤纶面料;

[0136] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:5:5;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为60:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为40g/m<sup>2</sup>;

[0137] 步骤(6)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比25:10:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在50℃温度下预烘焙20min,在100℃温度下烘焙3min,烘焙结束后,在80℃温度下干燥25min,得到中间层面料;

[0138] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0139] 步骤(7)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在120℃温度下进行往复碾压4遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗5次,在85℃温度下干燥20min,室温下风干30h,得到抗菌防螨复合面料;

[0140] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为30g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0141] 对比例1

[0142] 本对比例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0143] 步骤(1)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在80℃温度下第一次反应10h,反应结束后,在真空度0.03MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0144] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比38:50:32:11混合,在120℃温度下第二次反应20h,反应结束后,在真空度0.03MPa、120℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0145] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为95:42:215;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0146] 步骤(2)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、聚乳酸、钛酸丁酯以质量比160:45:100:10:2混合,在氮气氛围中,180℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.03MPa、180℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量5倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在45℃温度下干燥24h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0147] 步骤(3)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以2000m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0148] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量5倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在35℃温度下干燥22h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为60S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0149] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为80g/m<sup>2</sup>;

[0150] 步骤(4)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中,涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:5,在130℃温度下溶胀2h,溶胀后取出,加入0.8mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中,80℃温度下反应5h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量5倍的热水洗5次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量5倍的甲醇浸出24h,在115℃温度下干燥10h,得到改性涤纶面料;

[0151] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:3:3;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为80:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;改性涤纶面料的克重为40g/m<sup>2</sup>;

[0152] 步骤(5)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比45:15:1000混合,得到表面处理剂,将改性涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在40℃温度下预烘培25min,在90℃温度下烘培5min,烘培结束后,在80℃温度下干燥25min,得到中间层面料;

[0153] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;

[0154] 步骤(6)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在100℃温度下进行往复碾压5遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗3次,在80℃温度下干燥30min,室温下风干30h,得到抗菌防螨复合面料;

[0155] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为90g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0156] 对比例2

[0157] 本对比例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0158] 步骤(1)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在80℃温度下第一次反应10h,反应结束后,在真空度0.03MPa、60℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0159] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比38:50:32:11混合,在120℃温度下第二次反应20h,反应结束后,在真空度0.03MPa、120℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0160] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为95:42:215;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0161] 步骤(2)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比160:45:100:10:2混合,在氮气氛围中,180℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.03MPa、180℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量5倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在45℃温度下干燥24h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0162] 步骤(3)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以2000m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0163] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量5倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在35℃温度下干燥22h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线作为经纱,纱支数为60S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0164] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为80g/m<sup>2</sup>;

[0165] 步骤(4)、将氧化锌量子点、粘合剂、水以质量比45:15:1000混合,得到表面处理剂,将涤纶面料浸渍在表面处理剂中,两浸两轧,浸渍结束后,在40℃温度下预烘焙25min,在90℃温度下烘焙5min,烘焙结束后,在80℃温度下干燥25min,得到中间层面料;

[0166] 其中,粘合剂为粘合剂Nourybond276;浸渍操作的轧余率为100%;中间层面料的克重为40g/m<sup>2</sup>;

[0167] 步骤(5)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在100℃温度下进行往复碾压5遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗3次,在80℃温度下干燥30min,室温下风干30h,得到抗菌防螨复合面料;

[0168] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为90g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相同。

[0169] 对比例3

[0170] 本对比例公开了一种抗菌防螨复合面料的制备方法,包括以下步骤:

[0171] 步骤(1)、将载银二氧化钛与四氢呋喃以质量比1:10混合,超声15min,在转速15r/min,室温下加入左旋乳酸,同时滴加辛酸亚锡,滴加时间5min,滴加完毕后,继续超声15min,在真空度0.03MPa,160℃温度下搅拌反应10h,得到反应粗产物,加入反应粗产物质量2倍的氯仿,在3500r/min转速下离心,将离心沉淀物在50℃温度下干燥30h,得到改性载银二氧化钛;

[0172] 其中,载银二氧化钛、左旋乳酸、辛酸亚锡的质量比为5:20:0.1;

[0173] 步骤(2)、将5,5-二甲基海因、氢氧化钾、乙醇混合,加入1-溴-2-氯乙烷,在80℃温度下第一次反应10h,反应结束后,在真空度0.03MPa、90℃温度下旋蒸去除溶剂乙醇,得到第一次反应产物,纯化,得到海因衍生物;

[0174] 将海因衍生物、碘化钾、二乙醇胺、18-冠-6-醚、N,N-二甲基甲酰胺以质量比38:50:32:11混合,在120℃温度下第二次反应20h,反应结束后,在真空度0.03MPa、120℃温度下旋蒸去除溶剂N,N-二甲基甲酰胺,得到第二次反应产物,纯化,得到改性海因衍生物;

[0175] 其中,5,5-二甲基海因、氢氧化钾、1-溴-2-氯乙烷的质量比为95:42:215;氢氧化钾与乙醇的质量比为1:10;制备海因衍生物和制备改性海因衍生物的纯化操作均与实施例1相同;

[0176] 步骤(3)、将丁二酸二甲酯、1,4-丁二醇、改性海因衍生物、改性载银二氧化钛、钛酸丁酯以质量比160:45:100:10:2混合,在氮气氛围中,180℃温度下反应1.5h,反应结束后,在真空度0.03MPa、180℃温度下继续反应4h,反应结束后,室温下在反应产物中加入反应产物质量1倍的氯仿溶解,溶解后加入反应产物质量5倍的正戊烷沉淀,过滤,取滤饼,滤饼在45℃温度下干燥24h,得到改性聚丁二酸丁二醇酯;

[0177] 步骤(4)、将改性聚丁二酸丁二醇酯在挤出机各区温度均为240℃的条件下,通过双螺杆熔融纺丝机熔融挤出,以2000m/min的纺丝速度进行纺丝,冷却,牵伸,短切,得到细度为70D的改性聚丁二酸丁二醇酯纤维,改性聚丁二酸丁二醇酯纤维的平均长度为38mm;

[0178] 将改性聚丁二酸丁二醇酯纤维浸渍在改性聚丁二酸丁二醇酯纤维质量5倍的20wt%次氯酸钠水溶液中,在45℃温度下氯化反应1.5h,反应结束后,用去离子水洗涤去除纤维表面的残余氯,在35℃温度下干燥22h,得到功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维;将功能化聚丁二酸丁二醇酯纤维纺成纱线,作为经纱,纱支数为40S(英制支数),将咖啡碳纤维纺成纱线,作为纬纱,纱支数为40S,机织,得到外层面料;

[0179] 其中,咖啡碳纤维为咖啡碳涤纶长丝经短切得到,咖啡碳纤维的平均长度为38mm,外层面料的克重为80g/m<sup>2</sup>;

[0180] 步骤(5)、将涤纶面料浸润在二甲基亚砷中,涤纶面料与二甲基亚砷的质量比为1:5,在130℃温度下溶胀2h,溶胀后取出,加入0.8mol/L的N-羟甲基丙烯酰胺水溶液和0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液,在氮气氛围中、80℃温度下反应5h,反应结束后,沥除液体组分,加入反应产物质量5倍的热水洗5次,每次0.5h,得到洗涤后的反应产物,加入洗涤后的反应产物质量5倍的甲醇浸出24h,在115℃温度下干燥10h,得到中间层面料;

[0181] 其中,涤纶面料、N-羟甲基丙烯酰胺溶液、过氧化苯甲酰溶液的质量比为1:3:3;N-羟甲基丙烯酰胺与过氧化苯甲酰的摩尔比为80:1;0.01mol/L的过氧化苯甲酰溶液是由过氧化苯甲酰与苯配制而成,过氧化苯甲酰的浓度为0.01mol/L;热水为90℃的去离子水;中间层面料的克重为40g/m<sup>2</sup>;

[0182] 步骤(6)、将中间层面料双面涂覆胶粘剂,以外层面料、双面涂覆胶粘剂的中间层面料、外层面料的顺序排列,得到复合面料粗品,通过压辊对复合面料粗品在100℃温度下进行往复碾压5遍,得到复合面料成品,将复合面料成品水洗3次,在80℃温度下干燥30min,室温下风干30h,得到抗菌防螨复合面料;

[0183] 其中,胶粘剂为水性聚氨酯乳液,胶粘剂的双面涂覆总量为90g/m<sup>2</sup>,两面涂覆量相

同。

[0184] 上述实施例与对比例中：载银二氧化钛来自灵寿县泰润矿产品有限公司，粒径30nm；四氢呋喃来自广州佳途科技股份有限公司，CAS号：109-99-9；左旋乳酸来自武汉克米克生物医药技术有限公司，CAS号：10326-41-7；辛酸亚锡来自武汉拉那白医药化工有限公司，CAS号：301-10-0；氯仿来自AlfaAesar公司，CAS号：67-66-3；5,5-二甲基海因来自山东星海化工有限公司，CAS号：77-71-4；氢氧化钾来自廊坊乾耀科技有限公司，CAS号：1310-58-3；1-溴-2-氯乙烷来自江苏润丰合成科技有限公司，CAS号：107-04-0；碘化钾来自河南欣之源化工产品有限公司，CAS号：7681-11-0；二乙醇胺来自山东创赢化工有限公司，CAS号：111-42-2；18-冠-6-醚来自济宁三石生物科技有限公司，CAS号：17455-13-9；N,N-二甲基甲酰胺来自济南远祥化工有限公司，CAS号：68-12-2；乙醇来自上海易势化工有限公司，CAS号：64-17-5；乙酸乙酯来自江苏普乐司生物科技有限公司，CAS号：141-78-6；碳酸氢钠来自天津华孚尔化工有限公司，CAS号：144-55-8；无水硫酸钠来自无锡市晶科化工有限公司，CAS号：7757-82-6；甲苯来自上海吉至生化科技有限公司，CAS号：108-88-3；异丙醇来自安徽金粤冠新材料科技有限公司，CAS号：67-63-0；正己烷来自天津市富宇精细化工有限公司，CAS号：110-54-3；二氯甲烷来自济南世纪通达化工有限公司，CAS号：75-09-2；甲醇来自济南埃克森化工有限公司，CAS号：67-56-1；丁二酸二甲酯来自南京化学试剂股份有限公司，CAS号：106-65-0；1,4-丁二醇来自河南安诺化工科技有限公司，CAS号：110-63-4；钛酸丁酯来自茂名市雄大化工有限公司，CAS号：5593-70-4；正戊烷来自东莞市勋业化学试剂有限公司，CAS号：109-66-0；次氯酸钠水溶液来自茂名市润景化工有限公司，型号分析纯，CAS号：7681-52-9；咖啡碳涤纶长丝来自绍兴喜能纺织科技有限公司，规格：75D/72f；二甲基亚砜来自济南金邦环保科技有限公司，CAS号：67-68-5；N-羟甲基丙烯酰胺来自广东翁江化学试剂有限公司，CAS号：924-42-5；过氧化苯甲酰来自无锡市晶科化工有限公司，CAS号：94-36-0；苯来自AlfaAesar公司，CAS号：71-43-2；氧化锌量子点来自西安瑞禧生物科技有限公司，货号R-QD-0102，型号羧基功能化氧化锌量子点；粘合剂Nourybond276来自佛山市捷柯新材料有限公司，品牌：德国赢创；水性聚氨酯乳液来自安徽中恩化工有限公司，型号PU1179。

[0185] 试验例

[0186] (1)、抗菌性能、力学性能测试

[0187] 对实施例1-5和对比例1-3制备的抗菌防螨复合面料进行抗菌性能和力学性能测试。具体测试结果见表1：

[0188] 表1

	抗菌率 (%)	断裂强力 (N)	断裂伸长率 (%)	撕破强力 (MPa)
[0189] 实施例 1	99.92	563.17	18.67	30.12

	实施例 2	99.65	560.62	18.32	29.85
	实施例 3	99.36	558.45	17.98	29.56
	实施例 4	98.99	554.96	17.65	29.27
[0190]	实施例 5	98.77	551.78	17.41	29.03
	对比例 1	92.63	519.71	12.88	25.81
	对比例 2	99.73	510.45	12.13	24.92
	对比例 3	91.56	521.32	13.51	26.38

[0191] 表1各项指标的检测分别依据如下标准:抗菌率是由GB/T20944.3-2008《纺织品抗菌性能的评价第3部分:振荡法》来测定,其中菌种选用大肠杆菌;断裂强力和断裂伸长率是由ISO9073-3-1989《纺织品非织造布试验方法第三部分:拉伸强力及伸长测定》来测定;撕破强力是由GB/T3917.3-2009《纺织品织物撕破性能第3部分梯形试样撕破强力的测定》来测定。

[0192] 根据表1的测试结果可以看出,本发明制备的抗菌防螨复合面料具有优异的抗菌性能和优良的力学性能。

[0193] 本发明通过乳酸在载银二氧化钛表面聚合,形成的聚乳酸低聚物接枝在其表面,提高了载银二氧化钛在基体中的分散性,且不易团聚,从而提高基体抗菌防螨的能力。

[0194] 含有海因结构的卤胺化合物是一种抗菌剂,同时是一种高效的防螨剂。但由于具有海因结构的卤胺化合物其稳定性较差,易被氧化,限制了其在纺织品中的应用。本发明通过制备具有双端羟基的改性海因衍生物,将改性载银二氧化钛与改性海因衍生物引入聚丁二酸丁二醇酯的分子主链中,得到的改性聚丁二酸丁二醇酯在纺丝氯化后具有抗菌防螨效果。且载银二氧化钛具有抗紫外老化的能力,增强了卤胺化合物的稳定性,从而使改性聚丁二酸丁二醇酯具有长效的抗菌防螨能力。

[0195] 此外,由于载银二氧化钛通过官能团之间的化学键固定在聚丁二酸丁二醇酯主链上,不易脱落,提高了聚丁二酸丁二醇酯的力学性能;其表面接枝的聚乳酸可以降低聚丁二酸丁二醇酯的结晶度,提高柔韧性。

[0196] 本发明中将改性聚丁二酸丁二醇酯在纺丝氯化后,与咖啡碳纤维混纺,得到外层面料。咖啡碳纤维具有吸臭除味,释放负离子的效果,同时具有一定抗菌效果,将其作为外层面料的原料之一,对外层面料的抗菌能力起到了正向加成的作用。

[0197] 本发明中将N-羟甲基丙烯酸酰胺接枝涤纶,得到改性涤纶面料。改性涤纶支链上的

基团可以增加分子间的作用力,使支链互相缠绕,从而在一定程度上提升了涤纶的柔韧性。将改性涤纶面料用含有氧化锌量子点表面处理剂表面处理,得到中间层面料。其中,由于氧化锌量子点本身表面具有活性羧基,可以与改性涤纶纤维支链上的氨基之间通过分子间氢键固定,使制得的中间层面料具有抗紫外、抗菌防螨的能力。通过胶粘剂将中间层面料与外层面料复合,在中间层面料的外部形成保护层,降低了氧化锌量子点的脱落量,使制得的抗菌防螨复合面料具有长效的抗菌防螨效果。

[0198] 对比例1中将聚乳酸代替改性载银二氧化钛,作为单体参与聚丁二酸丁二醇酯的聚合反应中,得到的面料虽然增加了添加聚乳酸的量,但由于缺少载银二氧化钛的抗紫外性能和抗菌防螨效果,以及作为无机成核剂对聚丁二酸丁二醇酯的力学增强作用,所以抗菌率、断裂强力、断裂伸长率、撕裂强度均低于实施例。

[0199] 对比例2中没有对载银二氧化钛表面改性,且中间层面料没有接枝改性,由于缺少聚乳酸对载银二氧化钛的表面改性效果,载银二氧化钛在基体中的分散性有所下降,以及中间层面料没有接枝功能基团无法对氧化锌量子点起到均匀固定的作用,所以得到的面料抗菌率与实施例相当,断裂强力、断裂伸长率、撕裂强度均低于实施例。

[0200] 对比例3中没有添加氧化锌量子点,缺少氧化锌量子点的抗紫外性能和抗菌防螨效果,以及作为无机粒子对涤纶的力学增强作用,所以得到的面料抗菌率、断裂强力、断裂伸长率、撕裂强度均低于实施例。

[0201] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

