



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109281160 A

(43)申请公布日 2019.01.29

(21)申请号 201811000915.7 *D01F 1/09*(2006.01)
(22)申请日 2018.08.30 *D01F 9/08*(2006.01)
(71)申请人 浙江理工大学 *D06M 101/30*(2006.01)
地址 310018 浙江省杭州市下沙高教园区2 *D06M 101/10*(2006.01)
号大街浙江理工大学
(72)发明人 万军民 帅卢屹峥 胡智文 王秉
彭志勤
(74)专利代理机构 嘉兴永航专利代理事务所
(普通合伙) 33265
代理人 侯兰玉
(51)Int.Cl.
D06M 11/83(2006.01)
D06M 10/02(2006.01)
D01F 8/16(2006.01)
D01F 8/18(2006.01)

权利要求书2页 说明书7页

(54)发明名称

一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可
变电阻纤维的制备方法

(57)摘要

本发明涉及智能材料领域,公开了一种银纳
米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的
制备方法,本发明通过溶液混合法制备了温敏纤
维,其中以聚乙二醇和壳聚糖为温敏纤维纺丝原
液的组成部分,再以石墨烯为导电材料,得到了一
种具有温敏性可变电阻的导电纤维。本发明温
敏可变电阻导电纤维可应用于医疗人体发热监
测,热带鱼类养殖水温监测等较为湿热环境下的
领域。

1. 一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,以g和mL计,其特征在于包括如下步骤:

(1) 聚乙二醇水溶液的配制:将聚乙二醇粉末添加到去离子水中,在60-80℃油浴环境中搅拌2-4h,待聚乙二醇粉末完全溶解后静置,待泡沫完全消去后,得到澄清透明的聚乙二醇水溶液,待用;

(2) 球磨法制备石墨烯:在球磨罐中加入15-25g石墨粉和湿介质进行球磨,在2800-3200rpm转速下球磨40-50h,开罐取出石墨烯加入盐酸清洗除去产物中多余杂质,再用去离子水洗净,冷冻干燥,得到石墨烯;

(3) 壳聚糖溶液的制备:将浓度为1-3wt%的壳聚糖加入到体积浓度为1-3%的冰醋酸水溶液中,充分搅拌,静置4-8h后观察溶液中是否存在气泡,待气泡完全排尽后,得到壳聚糖溶液;

(4) 水性导电溶液的配制:将石墨烯添加到体积浓度为1-3%的冰醋酸水溶液中,超声分散,得到水性导电溶液,待用;

(5) 凝固浴溶液的配制:将粉末状的氢氧化钠研磨后溶于去离子水中,搅拌溶解,配成浓度为1-3wt%的氢氧化钠溶液,得到凝固浴溶液,待用;

(6) 交联剂溶液的配制:取浓度为20-30wt%的戊二醛溶液,稀释成浓度为2-3wt%,得到交联剂溶液,待用;

(7) 银纳米线的制备:将丙三醇加入瓶中,加入5-6gPVP,升温至55-65℃并搅拌溶解;待降至室温后,加入1-2g硝酸银,搅拌至完全溶解;然后加入含有56-60mg氯化钠和0.3-0.7mL水的丙三醇溶液8-12mL,持续搅拌并加热至200-220℃,再降至室温;加入同体积的水,静置过夜后倒去上层清液,用异丙醇再对溶液底部的沉淀物进行分散,然后离心处理,重复数次,得到银纳米线异丙醇溶液;

(8) 温敏可变电阻导电纤维的制备:将聚乙二醇水溶液和壳聚糖水溶液、水性导电溶液混合,搅拌均匀,超声处理,得到纺丝原溶液,将纺丝原液倒入湿法纺丝器中,速度与力度均一地挤入凝固浴溶液中,放置2-3h后,捞出,完全浸没于交联剂溶液中,使得纤维内部充分交联,3-5h后取出并自然干燥,水洗洗去未充分反应的低聚物,再取出纤维并烘干;用氧等离子体处理裁剪后的纤维表面,然后将纤维浸入银纳米线异丙醇溶液中,室温下干燥,得到成品。

2. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述聚乙二醇水溶液的质量分数为3-7%,聚乙二醇为PEG4000。

3. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述湿介质为二甲基甲酰胺、N-甲基吡咯烷酮、表面活性剂水溶液、干冰的一种。

4. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述冰醋酸水溶液中冰醋酸的体积分数为2%。

5. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,超声分散时间为25-35min,水性导电溶液中石墨烯的质量分数为1-3%。

6. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(5)中,凝固浴中的氢氧化钠的质量分数为2%;搅拌时间为10-20min。

7. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(7)中,丙三醇的体积为180-200mL,水的体积为180-200mL,离心速率为5000-7000rpm,离心时间为8-12min。

8. 如权利要求1所述的一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,其特征在于,步骤(8)中,聚乙二醇水溶液与壳聚糖溶液的体积比为3:7,搅拌时间为10-30min,超声时间为25-35min。

一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及智能材料领域,尤其涉及一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法。

[0002]

背景技术

[0003] 智能材料(Intelligent material),是一种能感知外部刺激,能够判断并适当处理且本身可执行的新型功能材料。智能材料是继天然材料、合成高分子材料、人工设计材料之后的第四代材料,是现代高技术新材料发展的重要方向之一,将支撑未来高技术的发展,使传统意义下的功能材料和结构材料之间的界线逐渐消失,实现结构功能化、功能多样化。科学家预言,智能材料的研制和大规模应用将导致材料科学发展的重大革命。

[0004] 纤维用途广泛,可织成细线、线头和麻绳,造纸或织毡时还可以织成纤维层;同时也常用来制造其他物料,及与其他物料共同组成复合材料,在人类生活中具有极大的用途。

[0005] 石墨烯是一类新的碳二维纳米轻质材料,具有独特的单原子层二维晶体结构,大量的研究表明石墨烯具有已知材料最高的强度,大的比表面积比,优异的导电性和导热性等优异的性质,这些优异的性质也决定了它在诸如复合材料,电子器件,太阳能等诸多领域有着广泛的应用前景。石墨烯内部碳原子的排列方式与石墨单原子层一样以 sp^2 杂化轨道成键,并有如下的特点:碳原子有4个价电子,其中3个电子生成 sp^2 键,即每个碳原子都贡献一个位于 p_z 轨道上的未成键电子,近邻原子的 p_z 轨道与平面成垂直方向可形成 π 键,新形成的 π 键呈半填满状态。研究证实,石墨烯中碳原子的配位数为3,每两个相邻碳原子间的键长为 1.42×10^{-10} 米,键与键之间的夹角为 120° 。除了 σ 键与其他碳原子链接成六角环的蜂窝式层状结构外,每个碳原子的垂直于层平面的 p_z 轨道可以形成贯穿全层的多原子的大 π 键(与苯环类似),因而具有优良的导电和光学性能。

[0006] 壳聚糖(chitosan)又称脱乙酰甲壳素,是由自然界广泛存在的几丁质(chitin)经过脱乙酰作用得到的,化学名称为聚葡萄糖胺(1-4)-2-氨基-B-D葡萄糖。这种天然高分子的生物官能性和相容性、血液相容性、安全性、微生物降解性等优良性能被各行各业广泛关注,更是一种广为人知的抑菌剂。

[0007] 温敏高分子是一类随着温度变化可发生对温度敏感变化的高分子材料。如温度变化引起导电率,导热系数,折射率等性质的改变,可用于制备高分子温敏传感器。我们本文采用的温敏高分子可随着温度的变化发生体积的改变。

[0008] 现有技术中多数是将导电材料复合到普通的高分子纤维上,复合材料比较单一传统,导电性能很固定,不存在智能材料的可响应外界刺激性,不能随温度的变化而发生电阻的改变,不能用于智能可穿戴设备,即不能更好的实现随外界的改变而做出响应信号、反馈信号的智能可穿戴设备的实用价值。

[0009]

发明内容

[0010] 为了解决上述技术问题,本发明提供了一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法。本发明以聚乙二醇与壳聚糖共混再以戊二醛的稀溶液为交联剂制备得到温敏材料,将上述温敏材料的纺丝原液与石墨烯进行复合并进行湿法纺丝得到具备温敏性的可变电阻纤维,最后再以银纳米线进行修饰得到了银纳米线修饰的温敏可变电阻纤维,为其智能可穿戴设备的温度变化刺激导致电信号反馈的应用开辟新径,与传统导电纤维相比具有更加优异的信号变化收集分析性能。而且纤维带有壳聚糖与银纳米线,具有了显著的杀菌能力,可应用于智能纺织品中。

[0011] 本发明的具体技术方案为:一种银纳米线修饰具有杀菌效果的温敏可变电阻纤维的制备方法,以g和mL计,包括如下步骤:

(1) 聚乙二醇水溶液的配制:将聚乙二醇粉末添加到去离子水中,在60-80℃油浴环境中搅拌2-4h,待聚乙二醇粉末完全溶解后静置,待泡沫完全消去后,得到澄清透明的聚乙二醇水溶液,待用;

(2) 球磨法制备石墨烯:在球磨罐中加入15-25g石墨粉和湿介质进行球磨,在2800-3200rpm转速下球磨40-50h,开罐取出石墨烯加入盐酸清洗除去产物中多余杂质,再用去离子水洗净,冷冻干燥,得到石墨烯;

(3) 壳聚糖溶液的制备:将浓度为1-3wt%的壳聚糖加入到体积浓度为1-3%的冰醋酸水溶液中,充分搅拌,静置4-8h后观察溶液中是否存在气泡,待气泡完全排尽后,得到壳聚糖溶液。

[0012] 壳聚糖中的易形成氢键的亲水基团、疏水基团的相互作用下在壳聚糖内部形成晶型、非晶型结构,壳聚糖分子的立体规整性及分子间的氢键使它在多数有机溶剂、水、碱中难以溶解,但由于有氨基,在稀酸中当 H^+ 活度足够等于 $-NH_2$ 的浓度时,使 $-NH_2$ 质子化成 $-NH_3^+$,破坏了分子间的立体规整性和氢键,是 $-OH$ 与水分子发生水合作用,导致壳聚糖分子膨胀而溶解。本发明采用体积分数为1-3%的醋酸水溶液有助于与壳聚糖水溶液的形成。

[0013] (4) 水性导电溶液的配制:将石墨烯添加到体积浓度为1-3%的冰醋酸水溶液中,超声分散,得到水性导电溶液,待用;

(5) 凝固浴溶液的配制:将粉末状的氢氧化钠研磨后溶于去离子水中,搅拌溶解,配成浓度为1-3wt%的氢氧化钠溶液,得到凝固浴溶液,待用。

[0014] 配制凝固浴的时氢氧化钠浓度不宜过高,如果浓度过高会导致丝不易成型,氢氧化钠凝固浴的作用是中和溶解时用的细酸中的氢离子,消除了离子化作用,使得壳聚糖纤维可以在水溶液中定型。

[0015] (6) 交联剂溶液的配制:取浓度为20-30wt%的戊二醛溶液,稀释成浓度为2-3wt%,得到交联剂溶液,待用。

[0016] 戊二醛主要和壳聚糖分子上的氨基进行反应,使得长链壳聚糖分子逐渐形成网状的交联结构。

[0017] (7) 银纳米线的制备:将丙三醇加入瓶中,加入5-6gPVP,升温至55-65℃并搅拌溶解;待降至室温后,加入1-2g硝酸银,搅拌至完全溶解;然后加入含有56-60mg氯化钠和0.3-

0.7mL水的丙三醇溶液8-12mL,持续搅拌并加热至200-220℃,再降至室温;加入同体积的水,静置过夜后倒去上层清液,用异丙醇再对溶液底部的沉淀物进行分散,然后离心处理,重复数次,得到银纳米线异丙醇溶液;

(8) 温敏可变电阻导电纤维的制备:将聚乙二醇水溶液和壳聚糖水溶液、水性导电溶液混合,搅拌均匀,超声处理,得到纺丝原溶液,将纺丝原液倒入湿法纺丝器中,速度与力度均一地挤入凝固浴溶液中,放置2-3h后,捞出,完全浸没于交联剂溶液中,使得纤维内部充分交联,3-5h后取出并自然干燥,水洗洗去未充分反应的低聚物,再取出纤维并烘干;用氧等离子体处理裁剪后的纤维表面,然后将纤维浸入银纳米线异丙醇溶液中,室温下干燥,得到成品。

[0018] 作为优选,步骤(1)中,所述聚乙二醇水溶液的质量分数为3-7%,聚乙二醇为PEG4000。

[0019] 质量分数过大会导致聚乙烯醇溶液的粘度过高,不利于纺丝的进行。而质量分数过小会使聚乙烯醇在后面步骤的混合所占比例分数很小,不能提供大量的羟基去形成氢键。

[0020] 作为优选,步骤(2)中,所述湿介质为二甲基甲酰胺、N-甲基吡咯烷酮、表面活性剂水溶液、干冰的一种。

[0021] 由于二甲基甲酰胺、N-甲基吡咯烷酮、表面活性剂水溶液等为有机溶剂和介质,有一定的毒性,且剥离程度低,同时球磨介质由于高能量导致的分解,在球磨过程中球磨溶剂和介质的分解无法避免,导致碎片化和缺陷,从而引进的缺陷和杂质也不可控。干冰一方面可提高剥离效率,另一方面可减小石墨烯尺寸,同时引进杂质可控。

[0022] 作为优选,步骤(3)中,所述冰醋酸水溶液中冰醋酸的体积分数为2%。

[0023] 壳聚糖中的易形成氢键的亲水基团、疏水基团的相互作用下在壳聚糖内部形成晶型、非晶型结构,使得壳聚糖的水溶性大大的降低。采用体积分数为2%的醋酸水溶液有助于与壳聚糖水溶液的形成。该步骤的目的是为了提高粘度,使其粘结性增强。

[0024] 作为优选,步骤(4)中,超声分散时间为25-35min,水性导电溶液中石墨烯的质量分数为1-3%。

[0025] 石墨烯不仅可赋予纤维以导电性能,还可以填补纤维中的孔隙使得纤维的机械性能得以增强。

[0026] 作为优选,步骤(5)中,凝固浴中的氢氧化钠的质量分数为2%;搅拌时间为10-20min。

[0027] 作为优选,步骤(7)中,丙三醇的体积为180-200mL,水的体积为180-200mL,离心速率为5000-7000rpm,离心时间为8-12min。

[0028] 作为优选,步骤(8)中,聚乙二醇水溶液与壳聚糖溶液的体积比为3:7,搅拌时间为10-30min,超声时间为25-35min。

[0029] 作为优选,纺丝所用仪器为可具有能均匀推进、匀速推进纺丝原液容纳管的纺丝机,出液成丝口为整齐均匀的圆口,避免成丝后纤维内部具有取向不均一的状况。

[0030] 与现有技术对比,本发明的有益效果是:

1、本发明以聚乙二醇和壳聚糖为原料利用易形成氢键的羟基、氨基和酰基,制备了一种可随温度变化而导致体积变化的温敏智能材料,而且聚乙二醇与壳聚糖都具有生物可降

解性、生物可容性和低毒性,更兼有壳聚糖及其衍生物有较好的抗菌活性,能抑制一些真菌、细菌、和病毒的生长繁殖,是作为可穿戴设备材料的优异候选。

[0031] 2、将石墨烯加入到由聚乙二醇和壳聚糖制备的温敏纤维中,不仅可以使得纤维具有导电能力,而且可以在不影响纤维的温敏性能的前提下显著的提高纤维的机械性能,使得结构更加的致密。

[0032] 3、银纳米线由于其本身特殊的一维结构以及优异的导电能被广泛应用于电极材料,银纳米线作为修饰,还能够填补石墨烯的缺陷,是导电性能更加优异。

[0033] 4、温敏纤维负载石墨烯粉末后(石墨烯负载于分子链的众多侧链上,呈鱼骨状),随着温度的升高温敏纤维的体积发生变化,当侧链基团相互靠近时,纤维体积缩小,相邻石墨烯间距缩短,相对更加连续贯通,电阻就较小。当侧链基团相互疏远时,纤维体积膨胀,石墨烯间距增大,随之相互分离不连续,电阻也会随之变大,从而实现了温敏可变电阻的目的。

[0034]

具体实施方式

[0035] 下面结合实施例对本发明作进一步的描述。

[0036] 实施例1

(1) 聚乙二醇水溶液的配制

取聚乙二醇(PEG)粉末(PEG4000)添加到去离子水中质量分数为3%,在70℃度油浴环境中进行3h的机械搅拌后使白色的聚乙二醇粉末完全溶解后静置,带泡沫完全消去后,得到澄清透明的水溶液,待用;

(2) 球磨法制备石墨烯

在球磨罐中加入20g石墨粉和400g干冰,控制旋转托盘转速为3200rpm,球磨时间为40h,得到深黑色石墨烯,开罐取出石墨烯加入盐酸清洗除去产物中多余的杂质,在用去离子水清洗三次,冷冻干燥,得到固体石墨烯;

(3) 壳聚糖溶液的制备

称取固体粉末状的壳聚糖加入到V(冰醋酸)/V(去离子水)的混合溶剂中体积分数为2/98,壳聚糖的质量分数为1%,并充分进行搅拌,待壳聚糖粉末完全溶于冰醋酸混合溶剂中不存在块状抱负未溶壳聚糖团后进行静置,静置6h后观察溶液中是否存在气泡,待气泡完全排尽后,得到充分溶解的壳聚糖溶液;

(4) 水性导电溶液的配制

将步骤(2)得到的球磨法制备石墨烯添加到V(冰醋酸)/V(去离子水)为2/98的混合溶剂中,采用超声分散的方法使得石墨烯可以均匀的分散在乙酸溶液中,最后得到水性导电溶液,待用;

(5) 凝固浴溶液的配制

粉末状的氢氧化钠进行充分的研磨溶于去离子水中,采用搅拌充分溶解的方法,配成M(氢氧化钠)/M(去离子水)为2/98的混合溶液中,最后得到凝固浴溶液,待用;

(6) 交联剂溶液的配制

取质量分数为25%的戊二醛溶液中,采用稀释的方法,配成体积分数为2.5%的混合溶

液,最后得到交联剂溶液,待用;

(7) 银纳米线的制备:将丙三醇加入瓶中,加入5.5gPVP,升温至60℃并机械搅拌直至PVP完全溶解;待体系温度降至室温后,加入1g硝酸银,搅拌至完全溶解;然后加入含有58mg氯化钠和0.5mL水的丙三醇溶液8mL,在搅拌下持续搅拌并加热,当温度达到设定值后关闭加热,降至室温;加入同体积的水,静置过夜后倒去上层清液,用异丙醇再对溶液底部的沉淀物进行分散,然后将溶液在离心处理,重复数次,得到分散在异丙醇溶液中的银纳米线;

(8) 温敏可变电阻导电纤维的制备

将步骤(1)的聚乙二醇水溶液和步骤(3)的壳聚糖水溶液、步骤(4)的水性导电溶液进行混合,再采用机械搅拌的方式使得上述三种溶液尽量均一的混合,并采用超声方式进行处理,从而得到混合均一的纺丝原溶液,取制备好后的纺丝原液倒入特制的湿法纺丝器中,速度与力度均一的挤入步骤(4)制备的凝固浴溶液中,在凝固浴中放置2h后,捞出,再充分的分散放置完全浸没于步骤(6)制备的交联剂溶液中,使得高分子纤维内部可以充分的进行交联,在交联剂溶液中放置3h后进行自然干燥,再采用水洗的方式洗去未充分反应的低聚物,再取出我们的导电纤维并烘干;用氧等离子体处理裁剪后的高分子导电纤维表面,然后将高分子导电纤维侵入含有银纳米线的异丙醇溶液中,在室温下干燥,得到银纳米线修饰的柔性纤维。

[0037] 实施例2

(1) 聚乙二醇水溶液的配制

取聚乙二醇(PEG)粉末(PEG4000)添加到去离子水中质量分数为5%,在70℃度油浴环境中进行3h的机械搅拌后使白色的聚乙二醇粉末完全溶解后静置,带泡沫完全消去后,得到澄清透明的水溶液,待用;

(2) 球磨法制备石墨烯

在球磨罐中加入20g石墨粉和400g干冰,控制旋转托盘转速为3000rpm,球磨时间为45h,得到深黑色石墨烯,开罐取出石墨烯加入盐酸清洗除去产物中多余的杂质,在用去离子水清洗三次,冷冻干燥,得到固体石墨烯;

(3) 壳聚糖溶液的制备

称取固体粉末状的壳聚糖加入到V(冰醋酸)/V(去离子水)的混合溶剂中体积分数为2/98,壳聚糖的质量分数为2%,并充分进行搅拌,待壳聚糖粉末完全溶于冰醋酸混合溶剂中不存在块状抱负未溶壳聚糖团后进行静置,静置6h后观察溶液中是否存在气泡,待气泡完全排尽后,得到充分溶解的壳聚糖溶液;

(4) 水性导电溶液的配制

将步骤(2)得到的球磨法制备石墨烯添加到V(冰醋酸)/V(去离子水)为2/98的混合溶剂中,采用超声分散的方法使得石墨烯可以均匀的分散在乙酸溶液中,最后得到水性导电溶液,待用;

(5) 凝固浴溶液的配制

粉末状的氢氧化钠进行充分的研磨溶于去离子水中,采用搅拌充分溶解的方法,配成M(氢氧化钠)/M(去离子水)为2/98的混合溶液中,最后得到凝固浴溶液,待用;

(6) 交联剂溶液的配制

取质量分数为25%的戊二醛溶液中,采用稀释的方法,配成体积分数为2.5%的混合溶

液,最后得到交联剂溶液,待用;

(7) 银纳米线的制备:将丙三醇加入瓶中,加入5gPVP,升温至55℃并机械搅拌直至PVP完全溶解;待体系温度降至室温后,加入1.5g硝酸银,搅拌至完全溶解;然后加入含有56mg氯化钠和0.3mL水的丙三醇溶液10mL,在搅拌下持续搅拌并加热,当温度达到设定值后关闭加热,降至室温;加入同体积的水,静置过夜后倒去上层清液,用异丙醇再对溶液底部的沉淀物进行分散,然后将溶液在离心处理,重复数次,得到分散在异丙醇溶液中的银纳米线;

(8) 温敏可变电阻导电纤维的制备

将步骤(1)的聚乙二醇水溶液和步骤(3)的壳聚糖水溶液、步骤(4)的水性导电溶液进行混合,再采用机械搅拌的方式使得上述三种溶液尽量均一的混合,并采用超声方式进行处理,从而得到混合均一的纺丝原溶液,取制备好后的纺丝原液倒入特制的湿法纺丝器中,速度与力度均一的挤入步骤(4)制备的凝固浴溶液中,在凝固浴中放置2.5h后,捞出,再充分的分散放置完全浸没于步骤(6)制备的交联剂溶液中,使得高分子纤维内部可以充分的进行交联,在交联剂溶液中放置4h后进行自然干燥,再采用水洗的方式洗去未充分反应的低聚物,再取出我们的导电纤维并烘干;用氧等离子体处理裁剪后的高分子导电纤维表面,然后将高分子导电纤维侵入含有银纳米线的异丙醇溶液中,在室温下干燥,得到银纳米线修饰的柔性纤维。

[0038] 实施例3

(1) 聚乙二醇水溶液的配制

取聚乙二醇(PEG)粉末(PEG4000)添加到去离子水中质量分数为7%,在70℃度油浴环境中进行3h的机械搅拌后使白色的聚乙二醇粉末完全溶解后静置,带泡沫完全消去后,得到澄清透明的水溶液,待用;

(2) 球磨法制备石墨烯

在球磨罐中加入20g石墨粉和400g干冰,控制旋转托盘转速为3000rpm,球磨时间为50h,得到深黑色石墨烯,开罐取出石墨烯加入盐酸清洗除去产物中多余的杂质,在用去离子水清洗三次,冷冻干燥,得到固体石墨烯;

(3) 壳聚糖溶液的制备

称取固体粉末状的壳聚糖加入到V(冰醋酸)/V(去离子水)的混合溶剂中体积分数为2/98,壳聚糖的质量分数为3%,并充分进行搅拌,待壳聚糖粉末完全溶于冰醋酸混合溶剂中不存在块状抱负未溶壳聚糖团后进行静置,静置6h后观察溶液中是否存在气泡,待气泡完全排尽后,得到充分溶解的壳聚糖溶液;

(4) 水性导电溶液的配制

将步骤(2)得到的球磨法制备石墨烯添加到V(冰醋酸)/V(去离子水)为2/98的混合溶剂中,采用超声分散的方法使得石墨烯可以均匀的分散在乙酸溶液中,最后得到水性导电溶液,待用;

(5) 凝固浴溶液的配制

粉末状的氢氧化钠进行充分的研磨溶于去离子水中,采用搅拌充分溶解的方法,配成M(氢氧化钠)/M(去离子水)为2/98的混合溶液中,最后得到凝固浴溶液,待用;

(6) 交联剂溶液的配制

取质量分数为25%的戊二醛溶液中,采用稀释的方法,配成体积分数为2.5%的混合溶

液,最后得到交联剂溶液,待用;

(7) 银纳米线的制备:将丙三醇加入瓶中,加入6gPVP,升温至65℃并机械搅拌直至PVP完全溶解;待体系温度降至室温后,加入2g硝酸银,搅拌至完全溶解;然后加入含有60mg氯化钠和0.7mL水的丙三醇溶液12mL,在搅拌下持续搅拌并加热,当温度达到设定值后关闭加热,降至室温;加入同体积的水,静置过夜后倒去上层清液,用异丙醇再对溶液底部的沉淀物进行分散,然后将溶液在离心处理,重复数次,得到分散在异丙醇溶液中的银纳米线;

(8) 温敏可变电阻导电纤维的制备

将步骤(1)的聚乙二醇水溶液和步骤(3)的壳聚糖水溶液、步骤(4)的水性导电溶液进行混合,再采用机械搅拌的方式使得上述三种溶液尽量均一的混合,并采用超声方式进行处理,从而得到混合均一的纺丝原溶液,取制备好后的纺丝原液倒入特制的湿法纺丝器中,速度与力度均一的挤入步骤(4)制备的凝固浴溶液中,在凝固浴中放置3h后,捞出,再充分的分散放置完全浸没于步骤(6)制备的交联剂溶液中,使得高分子纤维内部可以充分的进行交联,在交联剂溶液中放置5h后进行自然干燥,再采用水洗的方式洗去未充分反应的低聚物,再取出我们的导电纤维并烘干;用氧等离子体处理裁剪后的高分子导电纤维表面,然后将高分子导电纤维侵入含有银纳米线的异丙醇溶液中,在室温下干燥,得到银纳米线修饰的柔性纤维。

[0039] 本发明中所用原料、设备,若无特别说明,均为本领域的常用原料、设备;本发明中所用方法,若无特别说明,均为本领域的常规方法。

[0040] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例,并非对本发明作任何限制,凡是根据本发明技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、变更以及等效变换,均仍属于本发明技术方案的保护范围。