



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105714552 B

(45)授权公告日 2018.01.30

(21)申请号 201610209912.9

*DO6M 101/32(2006.01)*

(22)申请日 2016.04.07

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105714552 A

CN 101041727 A, 2007.09.26,

CN 1394901 A, 2003.02.05,

JP S5551873 A, 1980.04.15,

US 4378226 A, 1983.03.29,

CN 1214380 A, 1999.04.21,

CN 101918637 A, 2010.12.15,

(43)申请公布日 2016.06.29

(73)专利权人 中原工学院

地址 451191 河南省郑州市新郑双湖经济  
技术开发区淮河路1号

陈亚东.《聚丙烯腈-铜硫化物导电纤维的影响因素及性能的评价》.《宁波大学学报》.2001,  
第14卷(第3期),

(72)发明人 潘玮 陈燕 曲良俊 裴海燕

(74)专利代理机构 郑州优盾知识产权代理有限公司 41125

审查员 方熙

代理人 张绍琳 张真真

(51)Int.Cl.

*DO6M 11/56(2006.01)*

*DO6M 13/332(2006.01)*

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法

(57)摘要

本发明属于复合导电纤维制备领域,特别涉及一种硫化铜/涤纶复合导电纤维制备方法。该方法首先将涤纶纤维进行胺解,使纤维表面存在自由的氨基,然后使用五水硫酸铜和硫代硫酸钠为原料,采用化学反应法在涤纶纤维的表面生成硫化亚铜。该方法有效提高了金属硫化物在涤纶纤维表面的吸附,具有制备工艺条件容易实现、节约成本、纤维导电性能优良等优点。本发明反应条件温和,所需设备便宜,生产工艺简单、成本较低,而且对纤维的强度、滑爽性等损伤较少,具有手感柔软、变形性好、重量轻和良好的加工性能,可制成各种复合材料,在服装、装饰、产业等方面有许多新的应用。

1. 一种硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法,其特征在于:所述硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备步骤如下:

(1) 将涤纶纤维浸入到乙二胺溶液中,于 $20^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 反应 $0.5\sim 3$ 小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维;

(2) 将步骤(1)得到的胺化涤纶纤维,浸入质量浓度为 $5\%\sim 20\%$ 的五水硫酸铜水溶液中,在 $20^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 浸泡 $5\sim 30$ 分钟后,加入质量浓度为 $5\%\sim 20\%$ 的硫代硫酸钠水溶液,升温至 $75^{\circ}\text{C}\sim 95^{\circ}\text{C}$ 反应 $0.2\sim 1.5$ 小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化亚铜/涤纶复合导电纤维;

所述步骤(2)中,涤纶纤维与乙二胺溶液的质量比为 $1:10\sim 1:50$ 。

2. 如权利要求1所述的硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中乙二胺溶液的质量浓度为 $5\%\sim 30\%$ ,乙二胺溶液的溶剂为水、乙醇、乙二醇、正丙醇中的一种。

3. 如权利要求1所述的硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中,胺化涤纶纤维与五水硫酸铜水溶液的质量比为 $1:5\sim 1:20$ ,五水硫酸铜水溶液与硫代硫酸钠水溶液的质量比为 $1:1\sim 1:5$ 。

## 一种硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于复合导电纤维制备领域,特别涉及一种硫化铜/涤纶复合导电纤维制备方法。

### 背景技术

[0002] 近年来,随着计算机、电信、微波炉等的迅速发展和普及,人类生活工作环境中的电磁辐射日渐严重因而产生的电磁波干扰对电子仪器设备的正常工作及人类的生理健康带来了很大负面影响,为防止静电干扰和电磁波干扰,从20世纪中期至今,针对各种用途,已开发出各种抗静电和电磁屏蔽的材料。近几十年,研究的重点更多地转向了导电纤维,导电纤维的抗静电效果显著持久,且不受环境湿度的影响,导电层达一定厚度或导电成份达一定比例后,具有优良的电磁屏蔽功能,因此导电纤维的研制和应用越来越受到重视。

[0003] 金属硫化物在光学、光电化学、催化、环保等方面都具有特殊的性能。它们具有良好的化学和热稳定性,是一种良好的光电材料。利用金属硫化物的特性来生产导电纤维的方法在目前应用最多是纤维表面化学反应法,这种方法主要通过化学处理,即通过反应液的浸渍,在纤维表面产生吸附,然后通过化学反应使金属硫化物覆盖在纤维表面。此方法优点在于工艺简单、成本较低,而且对纤维的强度、柔软性、滑爽性等损伤较少。在20世纪80年代,日本就研制成这类导电纤维。有人还专门对导电成分及导电机理进行了研究,如日本研制的表面覆盖铜的硫化物的导电腈纶,是先将腈纶在含铜离子溶液中处理,然后在还原剂中处理,纤维上的 $\text{Cu}^{2+}$ 变成 $\text{Cu}^+$ 与 $-\text{CN}$ 络合,进一步形成铜的硫化物的导电性物质。由于这些导电物质在纤维结构上形成了网络,故导电性能很好。国内专利87104625.3、201510188325.1、200810084225.4等都是采用这种方法生产导电纤维的。

[0004] 由于聚丙烯腈纤维上的氰基能与铜离子产生络合,使纤维具有导电性;而对于没有氰基的其他纤维,导电物质就无法与纤维发生络合,因此影响了纤维对金属硫化物的吸附和吸附牢度,故无法制得导电性能优良的纤维。涤纶具有强度高、弹性好、保型性好、尺寸稳定性高等优异性能,由其织成的衣物经久耐穿,电绝缘性好,易洗快干,具有“洗可穿”的美称,因而被广泛应用于服装、装饰、产业等领域。但是涤纶由于内部分子排列紧密,分子间缺少亲水结构,因此回潮率很小,吸湿性能差,抗静电性不好。同时,由于涤纶纤维表面缺乏可以与铜离子产生络合的基团,所以无法直接采用纤维表面化学反应法制备涤纶导电纤维。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于,解决无法直接采用纤维表面化学反应法制备涤纶导电纤维的技术难题,提供了一种硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法。

[0006] 本发明采用以下技术方案,具体步骤如下:

[0007] 一种硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备方法,所述硫化铜/涤纶复合导电纤维的制备步骤如下:

[0008] (1) 将涤纶纤维浸入到乙二胺溶液中,于20℃~60℃反应0.5~3小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维;

[0009] (2) 将步骤(1)得到的胺化涤纶纤维,浸入质量浓度为5%~20%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃~60℃浸泡5~30分钟后,加入质量浓度为5%~20%的硫代硫酸钠水溶液,升温至75℃~95℃反应0.2~1.5小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化亚铜/涤纶复合导电纤维。

[0010] 所述步骤(2)中乙二胺溶液的质量浓度为5%~30%,乙二胺溶液的溶剂为水、乙醇、乙二醇、正丙醇中的一种。

[0011] 所述步骤(2)中,涤纶纤维与乙二胺溶液的质量比为1:10~1:50。

[0012] 所述步骤(2)中,胺化涤纶纤维与五水硫酸铜水溶液的质量比为1:5~1:20,五水硫酸铜水溶液与硫代硫酸钠水溶液的质量比为1:1~1:5。

[0013] 本发明的有益效果在于:

[0014] (1) 本发明首先采用乙二胺将涤纶纤维进行胺解,胺解反应不仅使涤纶纤维表面产生裂纹和坑洼,而且将纤维表面引入自由的胺基。纤维表面的裂纹和坑洼使硫化亚铜与纤维的机械固着作用增强;同时自由的胺基又可以与铜离子产生化学络合作用,提高铜的硫化物在纤维表面上的吸附。本发明提高了硫化亚铜在纤维中的含量,真正解决了涤纶纤维对金属硫化物的有效吸附问题,纤维具有稳定、持久的导电效果。

[0015] (2) 本发明反应条件温和,所需设备便宜,生产工艺简单、成本较低,而且对纤维的强度、滑爽性等损伤较少,具有手感柔软、变形性好、重量轻和良好的加工性能,可制成各种复合材料,在服装、装饰、产业等方面有许多新的应用。

## 具体实施方式

[0016] 实施例1

[0017] 将20克涤纶纤维浸入1000克质量浓度为5%的乙二胺/正丙醇溶液中,在60℃反应1小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0018] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入50克质量浓度为5%的五水硫酸铜水溶液中,在60℃浸泡20分钟后,加入50克质量浓度为5%的硫代硫酸钠水溶液,升温至95℃反应0.3小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $2.0 \times 10^{-5} \text{S/cm}$ 。

[0019] 实施例2

[0020] 将20克涤纶纤维浸入1000克质量浓度为30%的乙二胺/水溶液中,在30℃反应3小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0021] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入100克质量浓度为10%的五水硫酸铜水溶液中,在40℃浸泡5分钟后,加入250克质量浓度为5%的硫代硫酸钠水溶液,升温至75℃反应1小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $1.6 \times 10^{-4} \text{S/cm}$ 。

[0022] 实施例3

[0023] 将20克涤纶纤维浸入500克质量浓度为10%的乙二胺/正丙醇溶液中,在60℃反应0.5小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0024] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入200克质量浓度为8%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡30分钟后,加入200克质量浓度为10%的硫代硫酸钠水溶液,升温至85℃反应1.5小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $7.5 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。

[0025] 实施例4

[0026] 将20克涤纶纤维浸入400克质量浓度为25%的乙二胺/乙二醇溶液中,在20℃反应2小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0027] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入200克质量浓度为20%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡30分钟后,加入400克质量浓度为15%的硫代硫酸钠水溶液,升温至90℃反应1小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $6.8 \times 10^{-4} \text{S/cm}$ 。

[0028] 实施例5

[0029] 将20克涤纶纤维浸入500克质量浓度为12%的乙二胺/乙醇溶液中,在30℃反应2小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0030] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入400克质量浓度为15%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡30分钟后,加入500克质量浓度为20%的硫代硫酸钠水溶液,升温至75℃反应1.5小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $1.5 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。

[0031] 实施例6

[0032] 将20克涤纶纤维浸入500克质量浓度为12%的乙二胺/乙醇溶液中,在30℃反应2小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0033] 取10克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入500克质量浓度为15%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡30分钟后,加入700克质量浓度为10%的硫代硫酸钠水溶液,升温至75℃反应1.5小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $1.5 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。

[0034] 实施例7

[0035] 将40克涤纶纤维浸入500克质量浓度为15%的乙二胺/乙醇溶液中,在25℃反应2.5小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0036] 取15克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入300克质量浓度为15%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡30分钟后,加入1500克质量浓度为6%的硫代硫酸钠水溶液,升温至80℃反应1小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $7.6 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。

[0037] 实施例8

[0038] 将10克涤纶纤维浸入500克质量浓度为12%的乙二胺/乙醇溶液中,在20℃应0.5小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0039] 取20克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入400克质量浓度为5%的五水硫酸铜水溶液中,在20℃浸泡5分钟后,加入2000克质量浓度为20%的硫代硫酸钠水溶液,升温至75℃反应0.2小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $5.5 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。

[0040] 实施例9

[0041] 将50克涤纶纤维浸入500克质量浓度为12%的乙二胺/乙醇溶液中,在60℃应3小时,反应完毕后,用水充分漂洗以去除未反应的乙二胺,将纤维干燥后得到胺化的涤纶纤维。

[0042] 取80克上述步骤得到的胺化涤纶纤维,浸入400克质量浓度为15%的五水硫酸铜水溶液中,在60℃浸泡30分钟后,加入400克质量浓度为20%的硫代硫酸钠水溶液,升温至95℃反应1.5小时,取出纤维后用水漂洗、烘干后得到硫化铜/涤纶复合导电纤维,纤维的电导率为 $6.3 \times 10^{-3} \text{S/cm}$ 。