

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2025 年 1 月 9 日 (09.01.2025)



(10) 国际公布号
WO 2025/007597 A1

(51) 国际专利分类号:
D03D 15/225 (2021.01) **D06M 14/04** (2006.01)
D03D 13/00 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2024/083995

(22) 国际申请日: 2024 年 3 月 27 日 (27.03.2024)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
202310797223.4 2023年7月3日 (03.07.2023) CN

(71) 申请人:和也健康科技有限公司(HEYE HEALTH TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国浙江省湖州市安吉县孝丰镇竹产业科技创业中心6、7、8、9、10幢, Zhejiang 313300 (CN)。

(72) 发明人:卫敏(WEI, Min); 中国浙江省湖州市安吉县孝丰镇竹产业科技创业中心6、7、8、9、10幢, Zhejiang 313300 (CN)。方彦雯(FANG, Yanwen); 中国浙江省湖州市安吉县孝丰镇竹产业科技创业中心6、7、8、9、10幢, Zhejiang 313300 (CN)。李雷(LI, Lei); 中国浙江省湖州市安吉县孝丰镇竹产业科技创业中心6、7、8、9、10幢, Zhejiang 313300 (CN)。廖钟财(LIAO, Zhongcai); 中国浙江省湖州市安吉县孝丰镇竹产业科技创业中心6、7、8、9、10幢, Zhejiang 313300 (CN)。

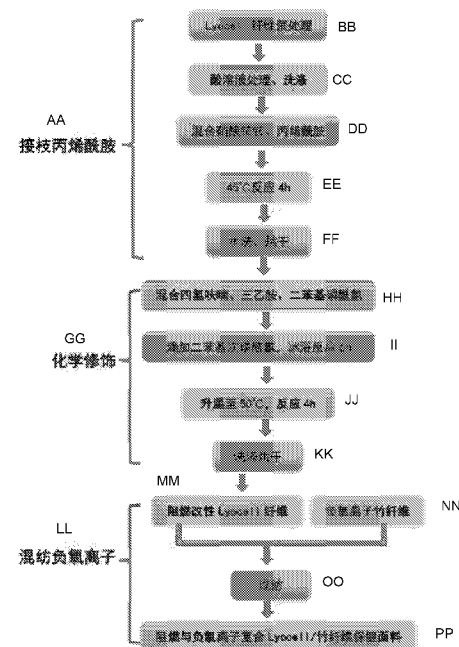
(74) 代理人:浙江千克知识产权代理有限公司(ZHEJIANG KG IP LAW FIRM); 中国浙江省湖州市长岛公园43号楼, Zhejiang 313000 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG,

(54) Title: FLAME-RETARDANT AND NEGATIVE-OXYGEN-ION COMPOSITE LYOCELL/BAMBOO FIBER HEALTH-CARE FABRIC

(54) 发明名称: 一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料

[图1]



AA Graft acrylamide
BB Lyocell fiber pretreatment
CC Acid solution treatment and washing
DD Mix ceric ammonium nitrate and acrylamide
EE React same at 45°C for 4 h
FF Water washing and drying
GG Chemical modification
HH Mix tetrahydrofuran, triethylamine and diphenyl phosphoryl chloride
II Add diphenyl hypophosphoryl chloride dropwise, and react same in an ice bath for 6 h
JJ Heat same to 50°C and react for 4 h
KK Washing and drying
LL Blended negative oxygen ion
MM Flame-retardant modified Lyocell fibers
NN Negative-oxygen-ion bamboo fibers
OO Blending
PP Flame-retardant and negative-oxygen-ion composite Lyocell/bamboo fiber health-care fabric

(57) Abstract: A manufacturing process for a flame-retardant and negative-oxygen-ion composite Lyocell/bamboo fiber health-care fabric. A preparation process method for the fabric comprises: firstly, subjecting Lyocell fibers to a pretreatment and a pre-oxidation treatment, and then initiating acrylamide surface graft copolymerization on the surface of the Lyocell fibers by means of a cerium salt; chemically modifying the fibers, which have been subjected to the graft modification treatment, and phosphorylating the fibers by reacting same with diphenyl hypophosphoryl chloride, so as to introduce a phosphorus-containing flame retardant into the surface

BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW。

- (84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

根据细则4.17的声明:

- 发明人资格(细则4.17(iv))

本国际公布:

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

of the fibers, thereby preparing flame-retardant Lyocell fibers; and finally, performing blending by taking the flame-retardant Lyocell fibers as warp yarns and negative-oxygen-ion bamboo fibers as weft yarns: performing fiber pretreatment, cotton mixing, opening and picking, cotton carding, drawing, roving, spinning, spooling, warping, sizing, healding and weaving forming. The produced fabric has the effects of environmental protection, flame retardance and negative-oxygen-ion health care.

(57) 摘要: 一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料制造工艺。该面料的制备工艺方法包括: 首先将Lyocell纤维进行预处理及预氧化处理, 然后通过铈盐引发丙烯酸酰胺表面接枝共聚到Lyocell纤维表面; 将接枝改性处理后的纤维进行化学修饰, 通过与二苯基次磷酰氯反应将其磷酰化从而含磷阻燃剂引入纤维表面, 制备得到阻燃Lyocell纤维; 最后以阻燃Lyocell纤维为经纱, 负氧离子竹纤维为纬纱进行混纺; 纤维预处理→和棉→开清棉→梳棉→并条→粗纱→细纱→络筒→整经→浆纱→穿综→织造成型。所生产的面料具有环保、阻燃、负氧离子保健的功效。

说明书

发明名称: 一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料 技术领域

[0001] 本发明属于阻燃纤维面料领域，涉及一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其工艺方法。

背景技术

[0002] 近年来，随着人们环保意识的提高，再生纤维素纤维逐渐替代各种合成纤维，在日常生活中占据着越来越大的比重，其也由原来的服装、家具等方面的应用，逐渐延伸到医药、建筑、航空航天等诸多领域。Lyocell纤维是一种新型环保的纤维素纤维，以N-甲基吗琳-N-氧化物（NMMO）为溶剂，这种溶剂回收率极高，使用后可以回收再利用，减少环境污染的同时节省资源，且在性能方面具有手感柔顺、舒适，透气性能良好等优点，作为一种新型绿色纤维广泛应用于服装、家装等多种产业中。但与众多纤维纺织品相同，存在着极易燃烧的特性，且燃烧时产生大量烟雾，释放高值热量，对人们的生命安全、财产问题产生了极大威胁和危害，因而如何有效提高再生纤维素纤维织物的阻燃性能得到了人们的广泛关注，研究制备高效耐久阻燃再生纤维素纤维成为了纤维纺织领域一项重大课题。然而目前纤维面料的阻燃改性主要存在以下问题：由于阻燃纤维面料所采用的阻燃剂或添加剂往往会随着使用时间的增长或洗涤次数的增多而逐渐失效，导致阻燃性能下降；另外，许多阻燃剂会对环境产生污染，特别是卤代阻燃剂，其含有的污染物质可能会残留在面料中，甚至被释放到周围环境中，对环境影响较大；一些阻燃剂含有有害物质，如氯、溴等，这些物质可能会对人体健康造成潜在危害，如致癌、损伤生殖系统等，对人体健康存在潜在危害。因此，开发一种工艺简单，阻燃性能稳定，且不会影响人体健康的阻燃Lyocell纤维面料对人类及环境的健康发展具有重要意义。

发明内容

- [0003] 本发明的目的在于克服现有技术的不足，提供阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其制备方法。
- [0004] 为实现上述发明目的，本发明采用的技术方案如下：
- [0005] 一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，该面料由Lyocell纤维，竹纤维及含磷阻燃剂组成，所述含磷阻燃剂通过表面接枝共聚法沉积在Lyocell纤维表面，所述竹纤维为负氧离子竹纤维，两种纤维经共纺织造。该纤维面料具有阻燃性，垂直燃烧试验结果显示其余焰时间为0 s，燃烧速度低至1.6 mm/s，炭化长度达48 mm，极限氧指数达45.6%，同时具有对人体健康有益的负氧离子。
- [0006] 本发明针对纤维面料开发了一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其制备方法，最终可得到阻燃性强、化学性质稳定的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料。
- [0007] 相比起传统的阻燃修饰方法（浸渍法和涂层法），接枝共聚是对织物表面化学结构进行修饰的一种环保且有效的方法，它可以在不破坏织物整体结构的情况下将高分子链引入表面，且由于接枝高分子链与纤维表面之间较强的共价键作用，使织物具有很好的耐久性。同时结合化学修饰引入含磷阻燃剂，利用磷和氮进行协同阻燃，提高织物的阻燃效果。进一步与负氧离子竹纤维进行混纺，开发出具有绿色环保的阻燃与负氧离子复合功效的功能纤维面料。
- [0008] 作为优选，上述阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料的特征在于：首先将Lyocell纤维浸入5 wt% H₂SO₄水溶液中，于45℃下浸泡30 min，然后用蒸馏水冲洗纤维至洗液呈中性，将纤维烘干至恒重。##
- [0009] 其中，所述Lyocell纤维断裂强度3.9 cN/dtex，断裂强力CV 17.38%，断裂伸长率23.28%，回潮率4.58%，平均长度37.0 mm，体积比电阻 $8.3 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ ，线密度1.92 dtex。
- [0010] 其中，所述H₂SO₄水溶液pH=1，烘干条件为：恒温烘箱80℃预烘5 min，160℃焙烘3 min。
- [0011] 作为优选，在装有恒压滴液漏斗和回流冷凝管的三口烧瓶内，加入30 ml蒸馏水，放入处理过的Lyocell纤维，用硝酸调节至pH为2，在搅拌下用氮气吹扫脱氧30 min，然后加入硝酸铈铵进行纤维的预氧化。

- [0012] 作为优选，滴加丙烯酰胺水溶液，于氮气气氛保护下，混合物在45℃搅拌4 h。反应后，得到表面带有黄色黏稠物的纤维，用蒸馏水冲洗后，烘干至恒重。
- [0013] 其中，丙烯酰胺水溶液浓度为40 wt%，滴加10 ml。
- [0014] 作为优选，将上述处理后的Lyocell纤维放入装有四氢呋喃的三口烧瓶中，加入适量三乙胺做缚酸剂，同时配有回流冷凝管和滴液漏斗装置，二苯基磷酰氯装入滴液漏斗中，排净管内空气，充氮气保护，随后滴加二苯基次磷酰氯，于冰浴中反应6 h。随后再升温至50℃，反应4 h后，取出纤维，用水反复冲洗，烘干至恒重，即得到阻燃改性Lyocell纤维。
- [0015] 其中，三乙胺与二苯基次磷酰氯用量为1:1。
- [0016] 作为优选，以阻燃Lyocell纤维为经纱，负氧离子竹纤维为纬纱进行混纺，纺织过程如下：纤维预处理→和棉→开清棉→梳棉→并条→粗纱→细纱→络筒→整经→浆纱→穿综→织造成型，得到阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料。
- [0017] 其中，负氧离子竹纤维的断裂强度2.29 cN/dtex，断裂强力CV 15.1%，断裂伸长率24.2%，回潮率12.8%，平均长度 37.9 mm，线密度1.31 dtex，负氧离子浓度为1060个·cm⁻³。
- [0018] 其中，阻燃Lyocell纤维和负氧离子竹纤维经预松后均匀喷洒抗静电剂混合液，静置12 h以上，抗静电剂混合液中，抗静电剂和水的质量比为1：30。
- [0019] 其中，织造过程设计经密685 根/10 cm，设计纬密433 根/10 cm，幅宽330 cm，五枚三飞缎纹组织。
- [0020] 作为优选，热重分析（TG），利用TG热分析仪对阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料进行热稳定性测试。按照GB/T5455-1997《纺织品阻燃性能试验垂直法》要求，采用YG(13)815D-I型（垂直法）织物阻燃性能测试仪对纤维面料进行垂直燃烧性能测试，采用GB/T5455-1997按《纺织品阻燃性能试验氧指数法》的要求，采用ASTMD6413-08型（氧指数法）织物阻燃性能测试仪对纤维面料进行燃烧性能测试以测定极限氧指数值。
- [0021] 其中，TG测试中的样品质量为3 mg，气氛为氮气，升温速率为10 ℃/min，升温范围为0~800 ℃。

- [0022] 其中, 极限氧指数测定中, 用试样夹将试样垂直夹持于透明燃烧筒内, 其中有向上流动的氧氮气流, 点着试样的上端, 观察随后的燃烧现象, 并与规定的极限值比较其持续燃烧时间及燃烧过的距离, 并记下阴燃时间。通过在不同氧浓度中的一系列试验结果, 可测得极限氧指数值。
- [0023] 本发明制得的阻燃负氧离子复合纤维面料是由阻燃Lyocell纤维与负氧离子竹纤维复合而成, 所述阻燃Lyocell纤维利用接枝共聚法引入丙烯酰胺中间体, 将含磷阻燃剂引入到该中间体上进行磷酸化得到含磷、氮协同阻燃的Lyocell纤维, 与负氧离子竹纤维共纺织造, 提高面料阻燃性的同时增强了面料的健康性; 所述纤维面料阻燃性能优异, 垂直燃烧试验结果显示其余焰时间为0 s, 燃烧速度低至1.6 mm/s, 炭化长度达48 mm。
- [0024] 与现有技术相比, 本发明的技术方案产生了以下有益的技术效果:
- [0025] 1. 本发明提供了一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料, 该面料由丙烯酰胺接枝共聚/化学修饰阻燃改性的Lyocell纤维及负氧离子竹纤维组成, 所述丙烯酰胺通过接枝共聚法沉积在Lyocell纤维表面, 含磷阻燃剂通过化学法接枝到丙烯酰胺上, 增强了纤维的阻燃性能, 同时负氧离子竹纤维的混纺增强了面料的健康性。
- [0026] 2. 丙烯酰胺的接枝共聚法是通过纤维素大分子上的羟基基团和丙烯酰胺上的氨基基团发生反应, 从而将其引入到纤维素纤维上, 进一步进行化学修饰引入含磷阻燃剂, 增强其阻燃性。这种方法阻燃效果持久, 阻燃性能稳定。
- [0027] 3. 本发明通过垂直燃烧实验证明, 本发明提供的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料具有优异的阻燃性能, 其极限氧指数达45.6%, 且经过30次水洗后, 极限氧指数仍然可保持在39.1%。说明本发明提供的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料具有优异的阻燃功能。

附图说明

- [0028] 图1是一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料制造工艺流程图。

具体实施方式

[0029] 以下通过实施例对本发明提供的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其制备方法作进一步说明。有必要指出，以下实施例只用于对本发明作进一步说明，不能理解为对本发明保护范围的限制，所属领域技术人员根据上述发明内容，对本发明做出一些非本质的改进和调整进行具体实施，仍属于本发明的保护范围。

实施例1

[0030] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0031] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，40 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0032] 按照上述配方制备样品，具体步骤如下：

[0033] （1）首先将Lyocell纤维浸入5 wt% H₂SO₄水溶液中，于45℃下浸泡30 min，然后用蒸馏水冲洗纤维至洗液呈中性，最后将纤维烘干至恒重。在装有恒压滴液漏斗和回流冷凝管的三口烧瓶内，加入30 ml蒸馏水，放入处理过的Lyocell纤维，用硝酸调节至pH为2，在搅拌下用氮气吹扫脱氧30 min，然后加入硝酸铈铵进行纤维的预氧化。

[0034] （2）滴加浓度为40 wt%丙烯酰胺水溶液，于氮气气氛保护下，混合物在45℃搅拌4 h。反应后，得到表面带有黄色黏稠物的纤维，用蒸馏水冲洗后，烘干至恒重。

[0035] （3）将上述处理后的Lyocell纤维放入装有四氢呋喃的三口烧瓶中，加入三乙胺做缚酸剂，同时配有回流冷凝管和滴液漏斗装置，二苯基磷酰氯装入滴液漏斗中，排净管内空气，充氮气保护，随后滴加二苯基次磷酰氯，三乙胺与二苯基次磷酰氯用量为1:1，于冰浴中反应6 h。随后再升温至50℃，反应4 h后，取出纤维，用水反复冲洗，烘干至恒重，即得到阻燃改性Lyocell纤维。

[0036] （4）以阻燃Lyocell纤维为经纱，负氧离子竹纤维为纬纱进行混纺，纺织过程如下：纤维预处理→和棉→开清棉→梳棉→并条→粗纱→细纱→络筒→整经→浆纱→穿综→织造成型。

实施例2

[0037] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0038] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，0 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0039] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

实施例3

[0040] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0041] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，10 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0042] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

实施例4

[0043] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0044] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，20 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0045] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

实施例5

[0046] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0047] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，30 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0048] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

实施例6

[0049] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0050] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，50 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0051] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

实施例7

[0052] 本实施例提供一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料及其生产工艺，配方如下：

[0053] Lyocell纤维，5 wt% H₂SO₄水溶液，硝酸，硝酸铈铵，60 wt%丙烯酰胺水溶液，四氢呋喃，三乙胺，二苯基磷酰氯，负氧离子竹纤维。

[0054] 按照上述配方制备样品，具体步骤如实施例1所示。

[0055] 对比例1

[0056] 本对比例中，以未阻燃改性的Lyocell纤维作为制备Lyocell/竹纤维保健面料，具体步骤如下：

[0057] 以Lyocell纤维为经纱，负氧离子竹纤维为纬纱进行混纺，纺织过程如下：纤维预处理→和棉→开清棉→梳棉→并条→粗纱→细纱→络筒→整经→浆纱→穿综→织造成型。

实施例8

[0058] 将实施例1~7的样品进行TG测试。

[0059]

样品	起始分解温度/℃	最大失重速率的分解温度/℃	分解终止温度/℃	残炭率/%
实施例 1	360.8	370.2	400.5	25.8
实施例 2	223.1	230.5	280.1	0.5
实施例 3	240.8	248.9	290.4	10.5
实施例 4	300.4	310.5	380.4	13.4
实施例 5	320.2	329.6	382.3	18.9
实施例 6	361.4	374.2	402.1	25.9
实施例 7	363.9	372.5	403.8	26.3

[0060] 可以看到，随丙烯酰胺含量的增加，起始分解温度、最大失重速率的分解温度、分解终止温度及残炭量均显著增加，表明面料的热稳定性能增加，说明通过

纤维素接枝聚丙烯酰胺和二苯基次磷酰氯对Lyocell纤维进行阻燃改性，可以改变Lyocell纤维的热解过程，有效增强Lyocell纤维的阻燃性。

[0061] 将实施例1~7的样品进行垂直燃烧性能测试及极限氧指数测定。

[0062]

样品	增重/%	余焰时间/s	燃烧速率 /mm/s	炭化长度 /mm	极限氧指数/%
实施例 1	5.3	0	1.6	48	45.6
实施例 2	0.5	2	20	1	18.5
实施例 3	1.2	2	5.3	16	21.8
实施例 4	2.1	0	4.8	30	30.7
实施例 5	3.5	0	3.2	45	35.6
实施例 6	5.6	0	1.5	50	46.5
实施例 7	5.4	0	1.6	51	46.3

[0063] 丙烯酰胺作为中间体将含磷阻燃剂接枝到纤维表面，因此随丙烯酰胺浓度的增加，纤维表面的含磷阻燃剂含量增加，使得其阻燃性能提高，极限氧指数提高。当丙烯酰胺含量增加到40 wt%之后（实施例1，实施例6，实施例7），纤维面料的阻燃性能及极限氧指数没有进一步提高，主要是因为该含量下的丙烯酰胺足以将加入的含磷阻燃剂全部接枝到纤维表面，故进一步提高丙烯酰胺含量对面料阻燃性能的提高贡献不大。

[0064] 将实施例1和对比例1的产品进行垂直燃烧性能测试及极限氧指数测定。

[0065]

样品	增重/%	余焰时间/s	燃烧速率 /mm/s	炭化长度 /mm	极限氧指数/%
实施例 1	5.3	0	1.6	48	45.6
对比例 1	0	4	58	0	17.5

[0066] 未经阻燃处理的纤维面料在空气中点燃后快速燃烧，续燃时间为4 s，并且燃烧后没有残炭剩余。而经阻燃处理后的纤维面料，经过30 s点火试验，去除点火源后，没有火焰继续燃烧现象，且伴有大量的焦炭残留。这说明，阻燃剂的引入对纤维面料的耐火性有了很大的提升。且其极限氧指数得到极大提升。在经历30次水洗循环之后，极限氧指数仍然可保持在39.1%，远高于未经阻燃处理的纤维面料。

[0067] 本具体实施例仅仅是对本发明的解释，其并不是对本发明的限制，本领域技术人员在阅读完本说明书后可以根据需要对本实施例做出没有创造性贡献的修改，但只要在本发明的权利要求范围内都受到专利法的保护。

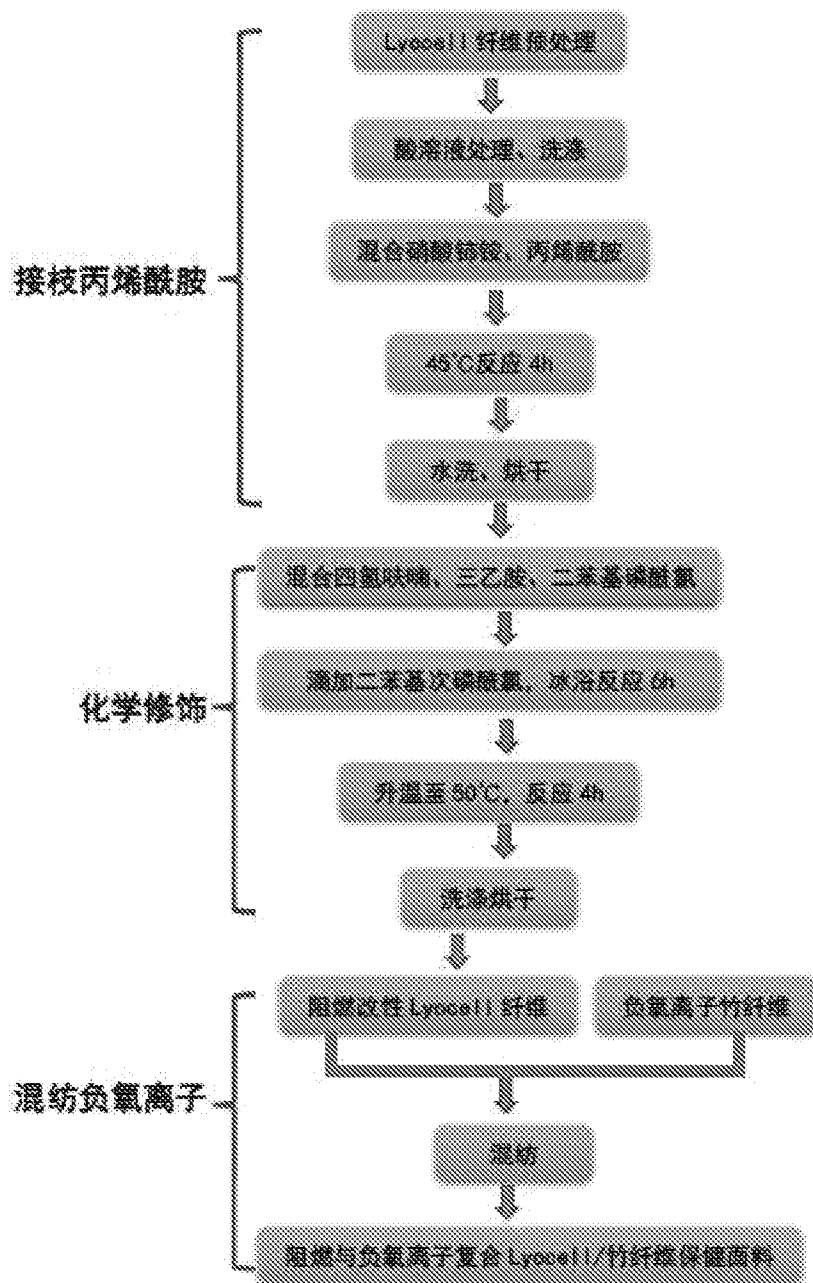
权利要求书

- [权利要求 1] 一种阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：该面料包括阻燃改性Lyocell纤维和竹纤维，所述Lyocell纤维表面通过接枝共聚引入丙烯酰胺，进一步通过磷酸化引入含磷阻燃剂，所述竹纤维为负氧离子竹纤维，所述复合面料是由阻燃Lyocell纤维与负氧离子竹纤维共纺织造而成。
- [权利要求 2] 根据权利要求1所述的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：首先将Lyocell纤维浸入4~6 wt% H₂SO₄水溶液中，于40~50℃下浸泡25~35 min，然后用蒸馏水冲洗纤维至洗液呈中性，最后将纤维烘干至恒重。
- [权利要求 3] 根据权利要求2所述的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：在装有恒压滴液漏斗和回流冷凝管的三口烧瓶内，加入25~35 ml蒸馏水，放入处理过的Lyocell纤维，用硝酸调节至pH为1.5~2.5，在搅拌下用氮气吹扫脱氧25~35 min，然后加入硝酸铈铵进行纤维的预氧化。
- [权利要求 4] 根据权利要求3所述的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：滴加30~50 wt%丙烯酰胺水溶液，于氮气气氛保护下，混合物在40~50℃搅拌3~5 h；反应后，得到表面带有黄色黏稠物的纤维，用蒸馏水冲洗后，烘干至恒重。
- [权利要求 5] 根据权利要求4所述的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：将处理后的Lyocell纤维放入装有四氢呋喃的三口烧瓶中，加入三乙胺做缚酸剂，同时配有回流冷凝管和滴液漏斗装置，二苯基磷酰氯装入滴液漏斗中，排净管内空气，充氮气保护，随后滴加二苯基次磷酰氯，三乙胺与二苯基次磷酰氯用量为1:0.5~1:1.5，于冰浴中反应5~7 h，随后再升温至45~55℃，反应3~5 h后，取出纤维，用水反复冲洗，烘干至恒重，得到阻燃改性Lyocell纤维。

[权利要求 6]

根据权利要求5所述的阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料，其特征在于：以阻燃Lyocell纤维为经纱，负氧离子竹纤维为纬纱进行混纺，纺织过程如下：纤维预处理→和棉→开清棉→梳棉→并条→粗纱→细纱→络筒→整经→浆纱→穿综→织造成型，得到阻燃与负氧离子复合Lyocell/竹纤维保健面料。

[图1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2024/083995

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER D03D15/225(2021.01)i; D03D13/00(2006.01)i; D06M14/04(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC:D03D15,D03D13,D06M Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CNTXT, ENTXTC, CNKI: 丙烯酰胺, 负氧离子竹纤维, 里奥, 磷, 莫代尔, 天丝, 纤维素纤维, 再生纤维素纤维, 粘胶, 竹纤维, 阻燃, lyocell, tencel, bamboo, ions, cellulose, flame, retardant,		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 117089974 A (HEYE HEALTH TECHNOLOGY CO., LTD.) 21 November 2023 (2023-11-21) claims 1-6	1-6
Y	JP 2004044059 A (TORAY INDUSTRIES) 12 February 2004 (2004-02-12) summary of the invention	1
Y	CN 102465452 A (HONG KONG RESEARCH INSTITUTE OF TEXTILES AND APPAREL) 23 May 2012 (2012-05-23) specific embodiments	1
Y	CN 102719969 A (NANTONG DEBEIER INDUSTRY & TRADE CO., LTD.) 10 October 2012 (2012-10-10) summary of the invention	1
Y	CN 113693309 A (HUNAN SHALI SOCKS CO., LTD.) 26 November 2021 (2021-11-26) summary of the invention	1
A	CN 104544662 A (NANAN CITY RONGXING PATENT TECHNOLOGY TRANSFER CENTER CO., LTD.) 29 April 2015 (2015-04-29) entire document	1-6
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance “D” document cited by the applicant in the international application “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed “T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art “&” document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 27 May 2024		Date of mailing of the international search report 09 June 2024
Name and mailing address of the ISA/CN China National Intellectual Property Administration (ISA/CN) China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing 100088		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2024/083995

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 110565368 A (HEBEI SENYA ENVIRONMENTAL PROTECTION NEW MATERIAL TECHNOLOGY CO., LTD.) 13 December 2019 (2019-12-13) entire document	1-6
A	CN 113957557 A (DANGYANG CITY HONGYANG NEW MATERIAL TECHNOLOGY CO., LTD.) 21 January 2022 (2022-01-21) entire document	1-6
A	CN 116289199 A (QINGDAO UNIVERSITY) 23 June 2023 (2023-06-23) entire document	1-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2024/083995

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN	117089974	A	21 November 2023	None	
JP	2004044059	A	12 February 2004	None	
CN	102465452	A	23 May 2012	None	
CN	102719969	A	10 October 2012	None	
CN	113693309	A	26 November 2021	None	
CN	104544662	A	29 April 2015	None	
CN	110565368	A	13 December 2019	None	
CN	113957557	A	21 January 2022	None	
CN	116289199	A	23 June 2023	None	

A. 主题的分类

D03D15/225(2021.01)i; D03D13/00(2006.01)i; D06M14/04(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

IPC:D03D15,D03D13,D06M

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNTEXT,ENTXTC,CNKI:丙烯酰胺,负氧离子竹纤维,里奥,磷,莫代尔,天丝,纤维素纤维,再生纤维素纤维,粘胶,竹纤维,阻燃,lyocell,tencel,bamboo,ions,cellulose,flame,retardant,

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 117089974 A (和也健康科技有限公司) 2023年11月21日 (2023 - 11 - 21) 权利要求1-6	1-6
Y	JP 2004044059 A (TORAY INDUSTRIES) 2004年2月12日 (2004 - 02 - 12) 发明内容	1
Y	CN 102465452 A (香港纺织及成衣研发中心) 2012年5月23日 (2012 - 05 - 23) 具体实施方式	1
Y	CN 102719969 A (南通德贝尔工贸有限公司) 2012年10月10日 (2012 - 10 - 10) 发明内容	1
Y	CN 113693309 A (湖南莎丽袜业股份有限公司) 2021年11月26日 (2021 - 11 - 26) 发明内容	1
A	CN 104544662 A (南安市荣兴专利技术转移中心有限公司) 2015年4月29日 (2015 - 04 - 29) 全文	1-6
A	CN 110565368 A (河北森雅环保新材料科技有限公司) 2019年12月13日 (2019 - 12 - 13) 全文	1-6

☒ 其余文件在C栏的续页中列出。

☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“D” 申请人在国际申请中引证的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2024年5月27日

国际检索报告邮寄日期

2024年6月9日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

授权官员

朱明慧

电话号码 (+86) 010-62085486

PCT/ISA/210 表(第2页) (2022年7月)

C. 相关文件		
类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 113957557 A (当阳市鸿阳新材料科技有限公司) 2022年1月21日 (2022 - 01 - 21) 全文	1-6
A	CN 116289199 A (青岛大学) 2023年6月23日 (2023 - 06 - 23) 全文	1-6

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2024/083995

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
CN	117089974	A	2023年11月21日	无	
JP	2004044059	A	2004年2月12日	无	
CN	102465452	A	2012年5月23日	无	
CN	102719969	A	2012年10月10日	无	
CN	113693309	A	2021年11月26日	无	
CN	104544662	A	2015年4月29日	无	
CN	110565368	A	2019年12月13日	无	
CN	113957557	A	2022年1月21日	无	
CN	116289199	A	2023年6月23日	无	