[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
D01F 6/62 (2006.01)
D01F 1/10 (2006.01)
D01D 5/08 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610023161.8

[43] 公开日 2006 年 7 月 12 日

[11] 公开号 CN 1800454A

[22] 申请日 2006.1.9
[21] 申请号 200610023161.8
[71] 申请人 东华大学
地址 200051 上海市延安西路 1882 号
[72] 发明人 顾利霞 顾莉琴 周祚万 肖 茹 齐秀丽

[74] 专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司
代理人 张竹梅

权利要求书 2 页 说明书 8 页

[54] 发明名称

一种抗菌 PET 纤维及其制备方法

[57] 摘要

本发明提供了一种含有载银纳米氧化锌的抗菌 PET 纤维及其制备方法和应用。 采用复合纺丝的方法将载银纳米氧化锌添加到涤纶的皮层当中，所制得的改性涤纶具有较高的抗菌杀菌性能。 该方法适宜于熔融纺丝法改性涤纶的规模化连续生产。

1. 一种抗菌 PET 纤维，其特征在于该抗菌 PET 纤维中含有重量百分比为1%～5%的载银纳米氧化锌。

2. 一种制备权利要求 1 所述的抗菌 PET 纤维的方法，其特征在于该方法包括下列步骤：

（1）制备载银纳米氧化锌并进行修饰：在制备纳米氧化锌的过程中将金属 Ag^{+}掺杂到氧化锌当中，得到载银纳米氧化锌；在容器中加入重量比为 10-100：1 的载银纳米氧化锌与硅烷偶联剂，以无水乙醇为溶剂，在 78℃～80℃搅拌回流 2-4 小时；将处理好的样品烘干研细；

（2）抗菌PET母粒的制造：将修饰过的载银纳米氧化锌、分散剂和纯PET切片按照15-25：1：30-50的质量比通过双螺杆挤出机共混挤出，然后通过切粒机进行切粒，制造出抗菌PET母粒；其中造粒过程各区温度范围依次为：165℃～200℃、265℃～285℃、265℃～285℃、265～285℃、260～285℃；

（3）纺制具有皮--芯结构的抗菌PET纤维：将抗菌剂含量为20%～30%的抗菌PET母粒以相对于纤维总质量的2%～6%加入到皮层中，纯PET作为芯层，皮与芯按照1：4-5的重量比例分别加入双螺杆挤出机中，纺制出具有皮--芯结构的抗菌PET纤维；其中纺丝工艺参数为：

芯层：各区温度分别为280℃～290℃，280℃～300℃，280℃～300℃，280℃～300℃；计量泵温度为280℃～297℃，弯管温度为280℃～297℃；螺杆转速为41～55rpm；压力为41～60公斤；供泵量5～8g/min；

皮层：各区温度分别为280℃～290℃，280℃～300℃，280℃～300℃，

280℃～300℃；计量泵温度为280℃～297℃，弯管温度为280℃～297℃，箱体温度为290℃～310℃；螺杆转速为40～50rpm，压力为30～40公斤；供泵量20～25g/min；

拉伸加捻机的工艺参数：拉伸温度，热盘温度为80℃左右，热板温度为160℃左右，拉伸速度为801～900m/min；拉伸倍数：4～5倍。

3．如权利要求 1 所述的抗菌 PET 纤维在制备抗菌衣物或织物中的应用。

一种抗菌 PET 纤维及其制备方法

技术领域

本发明属涉及一种抗菌 PET 纤维及其制备方法，具体地说涉及一种由载银纳米氧化锌改性的抗菌 PET 纤维及其制备方法。

背景技术

在现实生活中，人们不可避免会接触到各种细菌、真菌等微生物。这些微生物在合适的环境条件下迅速生长繁殖，并通过接触而传播疾病，影响人们的身体健康。日常生活中，各类纺织品是这些微生物的良好生存之地，也是疾病的重要传播源，人类生活在微生物的包围之中。纤维能吸收很多微生物，如果温度适宜，这些微生物就会迅速繁殖，对人体产生种种危害。近年来，纤维制品的抗菌性越来越受到人们的关注。具有抗菌作用的纤维及纺织品的研究有着极其重要的意义。抗菌纤维的功能和使用价值包括以下几个方面：

①医院环境多漂浮细菌，医患双方的服装及医院常用纺织品上都有很大的带菌可能性，不仅易于造成患者之间的交叉感染，也会把病菌带给健康人或把疾病传染到医院以外的环境中。灭菌固然重要，但只能间歇进行。对致病力强又易产生抗药性的金黄色葡萄球菌，使用抗菌织物加以抑制，更为必要。

②抗菌是加强食品卫生的重要措施

在食品加工的每道工序中都要防止食品接触细菌。作为食品加工厂、食品商店、餐厅、饭店乃至家庭厨房，保洁工作的一个重要方面，工作服、

围裙、抹布、食品覆盖布等必须具有抗菌而又无害的功能。

③抗菌是创造舒适生活环境的有效途径

日用纺织品上的细菌在生活环境中会迅速繁殖，使其卫生状况恶化，特别是服装、被褥及装饰品内的气温往往为细菌的滋生繁殖创造良好条件。这些细菌有金黄色葡萄菌、大肠杆菌、黑曲霉菌等，即使有些细菌是非致病菌类，也会产生一定的病理刺激，尤其是当服装与被褥沾污有人体分泌的汗液和皮脂时，由于细菌的分解作用，会产生氨气等异臭，这些体臭往往给生活增加烦恼。为此，须要运用现代科技手段制备出高档的抗菌织物，以适合人们追求舒适和健康生活的需要。

④抗菌也是对纤维本身性能的保护

纺织品在放置期间，由于高温高湿气候和衣物上污物的影响，也会构成霉菌繁殖的有力条件，不仅使衣料着色、变色，而且使衣料脆化变质，甚至在穿着时还会危及皮肤。为了防止这类情况的发生，抗菌防霉也应是高档纺织品的必要附加功能。

改善化学纤维的抗菌性能的关键问题是如何在改善纤维的抗菌性能的同时，还保持纤维原有的优良的力学性能。为使纤维达到理想的抗菌效果，制取抗菌纤维，当前，抗菌纤维正在呈现多样化的发展势态，其多样化不仅在于纤维基材和抗菌剂的不同，而且也在于抗菌纤维开发的技术途径不同。通过添加剂使化学纤维改性或使之获得某些功能，如抗菌杀菌、抗静电、抗紫外吸收、或光催化等性能是制备改性化学纤维的重要方法之一。归纳其技术现状，可以分为四个方面：

1.采用化学技术，将抗菌基团接枝到纤维表面的反应基上。对于不具

备反应基的物质，要引入反应基，使纤维具备化学改性的条件。

2. 采用物理改性技术，使抗菌剂渗入纤维表层较深部位。比如，开发表面粗糙的微孔化的纤维，在后整理时有利于抗菌剂渗入纤维表层以下；还可以在纺丝过程中把抗菌剂掺加到纺丝油剂之内，抗菌剂在纤维的冷凝收缩和牵伸收缩时能包容在表层以下的部位。

3. 在进行湿法纺丝中，在纺丝浴中加入抗菌剂，也会收到良好的抗菌效果。

4. 把抗菌剂掺到纺丝液中纺出纤维，这是开发抗菌纤维的主要的手段。一般讲，采用无机抗菌剂多采用熔融纺丝法，采用有机抗菌剂多采用溶液纺丝法。

但目前共混技术中存在着抗菌剂在纤维中分散性差，抗菌剂用量大，利用率低，浪费原料等问题。

发明内容

本发明所要解决的技术问题在于提供一种抗菌 PET 纤维及其制备方法，以解决现有技术中抗菌效果和安全性较差、浪费抗菌剂原料、投资成本大等方面的缺点。

本发明的原理是：为了解决抗菌剂在纤维中的分散性问题，达到抗菌剂与 PET 基体很好的相容性，本发明首先研究了对载银纳米氧化锌粒子进行表面修饰的技术；再通过选择分散性良好的分散剂，制得了高浓度的抗菌 PET 母粒，最后采用皮芯熔融复合纺的纺丝技术，将抗菌剂掺杂到皮层中,这不仅节省抗菌剂原料，而且有利于保持纤维的基本性能。

本发明首先提供了一种抗菌 PET 纤维，该抗菌 PET 纤维中含有重量

百分比为 1-5%的载银纳米氧化锌。

本发明还提供了该抗菌 PET 纤维的制备方法，该方法包括下列步骤：

（1）制备载银纳米氧化锌并进行修饰：在制备纳米氧化锌的过程中将金属 Ag^+掺杂到氧化锌当中，得到载银纳米氧化锌；在容器中加入重量比为 10-100：1 的载银纳米氧化锌与硅烷偶联剂（KH-560），以无水乙醇为溶剂，在 78℃～80℃搅拌回流 2-4 小时；将处理好的样品烘干研细；

（2）制备抗菌PET母粒(即造粒)：将修饰过的载银纳米氧化锌、分散剂和纯PET切片按照15-25：1：30-50的质量比通过双螺杆挤出机共混挤出，然后通过切粒机进行切粒，制成抗菌PET母粒；其中造粒过程各区温度范围依次为：165℃～200℃、265℃～285℃、265℃～285℃、265～285℃、260～285℃；其中分散剂为采用常规的分散剂，如聚乙烯蜡1#或2#、BH-2等。

（3）纺制具有皮--芯结构的抗菌PET纤维：将抗菌剂含量为20%～30%的抗菌PET母粒以相对于纤维总重量的2%～6%加入到皮层中，纯PET作为芯层，皮与芯按照1：4-5的重量比例分别加入双螺杆挤出机中，纺制出具有皮--芯结构的抗菌PET纤维；其中纺丝工艺参数为：

芯层：各区温度分别为280℃～290℃，280℃～300℃，280℃～300℃，280℃～300℃；计量泵温度为280℃～297℃，弯管温度为280℃～297℃；螺杆转速为41～55rpm；压力为41～60公斤；供泵量5～8g/min；

皮层：各区温度分别为280℃～290℃，280℃～300℃，280℃～300℃，280℃～300℃；计量泵温度为280℃～297℃，弯管温度为280℃～297℃，箱体温度为290℃～310℃；螺杆转速为40～50rpm，压力为30～40公斤；供泵量20～25g/min；

拉伸加捻机的工艺参数：拉伸温度，热盘温度为80℃左右，热板温度为160℃左右，拉伸速度为801～900m/min；拉伸倍数：4～5倍。

该抗菌PET纤维在可用于制备抗菌衣物或织物。

本发明提供的由纯PET涤纶切片、载银纳米氧化锌、分散剂等组成的改性涤纶具有较高的力学性能以及优良的抗菌杀菌效果，并能实施工业化的批量生产。对所纺的抗菌涤纶纤维进行抗菌效果测试，参照FZ/T 01021－92（织物抗菌性能试验方法），GB 15979－2002.和日本食品分析中心制定的抗菌材料（制品）滴下法执行。测得1%抗菌剂含量的抗菌PET纤维对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌的杀灭率可达到99%以上。

具体实施方式

下面结合实例对本发明作进一步的描述。

实例1：

在三颈烧瓶中加入 10 克载银纳米氧化锌粉体，将 0.3 克硅烷偶联剂（KH-560）加入其中，以无水乙醇为溶剂，在 78℃搅拌回流 2.5 小时。将处理好的样品烘干研细，得到表面修饰的载银纳米氧化锌颗粒。

实例 2：

在三颈烧瓶中加入 30 克载银纳米氧化锌粉体，将 1 克硅烷偶联剂（KH-560）加入其中，以无水乙醇为溶剂，在 80℃搅拌回流 3 小时。将处理好的样品烘干研细，得到表面修饰的载银纳米氧化锌颗粒。

实例 3：

将质量为300克的通过硅烷偶联剂KH –560（修饰剂量为2%）进行表面修饰的载银（ Ag^{+}含量为3%）纳米氧化锌粉体、20克分散剂（聚乙烯蜡－1

#）与680克预结晶后干燥的纯PET切片在双螺杆挤出机上共混挤出，造粒过程各区温度依次为165℃、265℃、265℃、265℃、260℃。然后通过塑料切粒机切粒。得到具有较高抗菌剂含量的分散效果良好的抗菌母粒。

实例4：

将质量为100克的通过硅烷偶联剂KH－560（修饰量为3%）进行表面修饰的载银（ Ag^+含量为3%）纳米氧化锌粉体、5克分散剂（聚乙烯蜡－2#）与220克预结晶后干燥的纯PET切片在双螺杆挤出机上共混挤出，造粒过程各区温度依次为200℃、285℃、285℃、285℃、285℃。然后通过塑料切粒机切粒，得到具有较高抗菌剂含量的分散效果良好的抗菌母粒。

实例5：

将质量为300克的通过偶联剂KH－560（修饰量为3%）进行表面修饰的载银（ Ag^+含量为3%）纳米氧化锌粒子、20克分散剂（BH-2）与680克干燥的纯PET切片在双螺杆挤出机上共混挤出，造粒过程各区温度依次为185℃、275℃、275℃、275℃、270℃。然后通过塑料切粒机切粒，得到具有较高抗菌剂含量的分散效果良好的抗菌母粒。采用普通纺丝的方法，将抗菌涤纶母粒与纯聚酯切片以2：8的比例加入到双螺杆挤出机，纺制出具有抗菌功能的涤纶纤维。纺丝工艺参数为：各区温度分别为285℃，297℃，298℃，298℃，计量泵温度为297℃，弯管温度为297℃，箱体温度为310℃。螺杆转速40rpm。供泵量为34g/min。纺丝过程中机头压力保持不变，纺丝顺利，丝条经拉伸4倍后无毛丝.

实例6：

将质量为100克的通过硅烷偶联剂KH－560（修饰量为3%）进行表面修

饰的载银（ Ag^+含量为3%）纳米氧化锌粉体、5克分散剂（聚乙烯蜡－2#）与226.7克预结晶后干燥的纯PET切片在双螺杆挤出机上共混挤出，造粒过程各区温度依次为185℃、275℃、275℃、275℃、270℃。然后通过塑料切粒机切粒，得到具有较高抗菌剂含量的分散效果良好的抗菌母粒。

采用皮－芯复合纺丝的方法，将一定质量的抗菌 PET 母粒加入到皮层，纯聚酯切片作为芯层，皮与芯总质量以 2：8 的比例分别加入双螺杆挤出机中，纺制出具有皮--芯结构的抗菌 PET 纤维。纺丝工艺参数为：

芯层（纯PET）：各区温度分别为280℃，280℃，280℃，280℃。计量泵温度为280℃，弯管温度为280℃。螺杆转速为41rpm。压力为41公斤。供泵量5g/min.

皮层：各区温度分别为280℃，280℃，280℃，280℃。计量泵温度为280℃，弯管温度为280℃，箱体温度为290℃。螺杆转速为40rpm,压力为30公斤。供泵量20g/min。复合纺丝过程中机头压力保持不变，纺丝顺利，丝条经拉伸4倍后无毛丝。拉伸加捻机的工艺参数：

拉伸温度：热盘温度为 80℃，热板温度为 160℃，拉伸速度为 801m/min.

拉伸倍数：4 倍。

实例7：

将质量为200克的通过硅烷偶联剂KH－560（修饰量为3%）进行表面修饰的载银（ Ag^+含量为3%）纳米氧化锌粉体、10克分散剂（聚乙烯蜡－2#）与453.4克预结晶后干燥的纯PET切片在双螺杆挤出机上共混挤出，造粒过程各区温度依次为195℃、278℃、278℃、278℃、270℃。然后通过塑料切粒机切粒，得到具有较高抗菌剂含量的分散效果良好的抗菌母粒。

采用皮－芯复合纺丝的方法，将一定质量的抗菌 PET 母粒加入到皮层，纯聚酯切片作为芯层，皮与芯总质量以 2：8 的比例分别加入双螺杆挤出机中，纺制出具有皮--芯结构的抗菌 PET 纤维。纺丝工艺参数为：

芯层（纯PET）：各区温度分别为290℃，300℃，300℃，300℃。计量泵温度为297℃，弯管温度为297℃。螺杆转速为55rpm。压力为60公斤。供泵量8g/min.

皮层：各区温度分别为290℃，300℃，300℃，300℃。计量泵温度为297℃，弯管温度为297℃，箱体温度为310℃。螺杆转速为50rpm,压力为40公斤。供泵量25g/min。复合纺丝过程中机头压力保持不变，纺丝顺利，丝条经拉伸4倍后无毛丝。拉伸加捻机的工艺参数：

拉伸温度：热盘温度为 80℃，热板温度为 160℃，拉伸速度为 801m/min.

拉伸倍数：5 倍。

依据实例6的实验方案，对所纺的抗菌涤纶纤维进行抗菌效果测试，参照FZ/T 01021－92（织物抗菌性能试验方法），GB 15979－2002.和日本食品分析中心制定的抗菌材料（制品）滴下法执行。测得1%抗菌剂含量的复合纺PET纤维对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌的杀灭率可达到99%以上。

从上述实例清楚地说明，本发明的载银纳米氧化锌改性涤纶抗菌纤维，达到了理想的抗菌效果。