(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 112877800 A (43) 申请公布日 2021.06.01

- (21)申请号 202110177126.6
- (22) 申请日 2021.02.07
- (71) 申请人 上海烯纺新材料科技有限公司 地址 200444 上海市宝山区丰翔路1919号2 幢236室
- (72) 发明人 王进美 金党波 李义春
- (74) 专利代理机构 西安志帆知识产权代理事务所(普通合伙) 61258

代理人 侯峰 韩素兰

(51) Int.CI.

DO1F 2/08 (2006.01)

D01F 2/20 (2006.01)

DO1D 5/06 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

石墨烯中空超保温的粘胶纤维及制备方法

(57) 摘要

本发明实施例提供一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维及制备方法,由以下物质按照重量份组成:纤维素80-90份、石墨烯与轻质SiO₂气凝胶的表面活化预处理粉末2-10份、NaHCO₃溶液150-260份。本发明首先采用改进的湿法纺丝技术进行石墨烯粘胶纺丝浆粕制备,将石墨烯粉末与轻质SiO₂气凝胶以一定比例混合,加入粘胶纤维的纺丝熟成后浆粕中,然后经过一系列常规制丝工艺,制备石墨烯中空超保温粘胶纤维,将石墨烯中空超保温粘胶纤维制备为210克/平米絮片,其保温率为80-91%,克罗值:2.50-5.65,金黄葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌的抑菌率:95-99%,具有良好的抗静电、抗菌性能。

- 1.一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维,其特征在于,由以下物质按照重量份组成:纤维素80-90份、石墨烯与轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶的表面活化预处理粉末2-10份、 $\mathrm{NaHC0}_3$ 溶液150-260份。
- 2.根据权利要求1所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维,其特征在于,所述纤维素包括 木浆、棉桨、草浆。
- 3.根据权利要求2所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维,其特征在于,所述石墨烯与轻质 Sio_2 气凝胶的表面活化预处理粉末包括轻质 Sio_2 气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份。
- 4.一种如权利要求1-3任意一项所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,该方法为:

纤维素经过喂粕、浸渍、压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕;

将石墨烯与轻质Si 0_2 气凝胶的表面活化预处理粉末加入到1000份含8-9%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,然后进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在搅拌下加入150-260份浓度为160-266克/L的NaHCO $_3$ 溶液,之后,通过纺丝机纺丝、卷曲、定型、牵切,按照要求加工成石墨烯中空超保温的粘胶纤维。

- 5.根据权利要求3所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,所述石墨烯与轻质Si0₂气凝胶的表面活化预处理粉末的制备方法,具体为:在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质Si0₂气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份,将混合后的材料等分为8-12份,每加入一层轻质Si0₂气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入KH350硅烷偶联剂,完全加入后,在1500-2500转/分速度下,搅拌1-1.5小时,形成石墨烯材料与轻质Si0₂气凝胶的表面活化预处理粉末。
- 6.根据权利要求5所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,所述在搅拌下加入150-260份浓度为160-266克/L的NaHCO₃溶液,具体为:在1200-2000转/分搅拌下加入150-260份160-260克/L NaHCO₃溶液。
- 7.根据权利要求6所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,所述石墨烯粉末为矿物剥离法制备黑色粉末,均为10层以下,单层石墨烯含量:60-80%,平均粒径为0.2-0.9um。
- 8.根据权利要求7所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,所述轻质Si0₂气凝胶为白色粉末,平均粒径180-260nm,比表面积:450-600 m²/g,密度:36-42g/L。

石墨烯中空超保温的粘胶纤维及制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于纺织技术领域,具体涉及一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维及制备方法。

背景技术

[0002] 近年来,随着生活水平质量的不断提升,人们对保温防寒被服类产品的追求更加注重舒适性、功能性。

[0003] 目前用于被服芯材的纤维,主要以化学纤维为主,保温性能较差,纤维抱合力差,静电现象严重。

发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明的主要目的在于提供一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维及制备方法。

[0005] 为达到上述目的,本发明的技术方案是这样实现的:

[0006] 本发明实施例提供一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维,由以下物质按照重量份组成:纤维素80-90份、石墨烯与轻质Si0₂气凝胶的表面活化预处理粉末2-10份、NaHCO₃溶液150-260份。

[0007] 上述方案中,所述纤维素包括木浆、棉桨、草浆。

[0008] 上述方案中,所述石墨烯与轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶的表面活化预处理粉末包括轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份。

[0009] 本发明实施例还提供一种如上述方案中任意一项所述的石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,其特征在于,该方法为:

[0010] 纤维素经过喂粕、浸渍、压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕;

[0011] 将石墨烯与轻质 $Si0_2$ 气凝胶的表面活化预处理粉末加入到1000份含8-9%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,然后进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在搅拌下加入150-260份浓度为160-266克/L的NaHCO $_3$ 溶液,之后,通过纺丝机纺丝、卷曲、定型、牵切,按照要求加工成石墨烯中空超保温的粘胶纤维。

[0012] 上述方案中,所述石墨烯与轻质Si 0_2 气凝胶的表面活化预处理粉末的制备方法,具体为:在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质Si 0_2 气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份,将混合后的材料等分为8-12份,每加入一层轻质Si 0_2 气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入KH350硅烷偶联剂,完全加入后,在1500-2500转/分速度下,搅拌1-1.5小时,形成石墨烯材料与轻质Si 0_2 气凝胶的表面活化预处理粉末。

[0013] 上述方案中,所述在搅拌下加入150-260份浓度为160-266克/L的NaHCO $_3$ 溶液,具体为:在1200-2000转/分搅拌下加入150-260份160-260克/L NaHCO $_3$ 溶液。

[0014] 上述方案中,所述石墨烯粉末为矿物剥离法制备黑色粉末,均为10层以下,单层石墨烯含量:60-80%,平均粒径为0.2-0.9um。

[0015] 上述方案中,所述轻质 $Si0_2$ 气凝胶为白色粉末,平均粒径180-260nm,比表面积: $450-600m^2/g$,密度: 36-42g/L。

[0016] 与现有技术相比,本发明首先采用改进的湿法纺丝技术进行石墨烯粘胶纺丝浆粕制备,将石墨烯粉末与轻质Si0₂气凝胶以一定比例混合,加入粘胶纤维的纺丝熟成后浆粕中,然后经过一系列常规制丝工艺,制备石墨烯中空超保温粘胶纤维,将石墨烯中空超保温粘胶纤维制备为210克/平米絮片,其保温率为80-91%,克罗值:2.50-5.65,金黄葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌的抑菌率:95-99%,纤维质量比电阻为6.33-9.84×10⁷Ω,中空度:92-98%,具有良好的抗静电、抗菌性能,经50次洗涤之后,各类性能降低均小于3%,该纤维可以广泛应用于加工各类调温石墨烯复合功能纺织品,以满足家用、户外、职业等被服内胎等产品的需求,具有重要的社会与经济意义。

具体实施方式

[0017] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0018] 本发明实施例提供一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维,由以下物质按照重量份组成:纤维素80-90份、石墨烯与轻质Si0₂气凝胶的表面活化预处理粉末2-10份、NaHCO₃溶液150-260份。

[0019] 所述纤维素包括木浆、棉桨、草浆(甘蔗渣、芦苇、竹子等)。

[0020] 所述石墨烯与轻质 $Si0_2$ 气凝胶的表面活化预处理粉末包括轻质 $Si0_2$ 气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份。

[0021] 本发明将石墨烯材料与轻质气凝胶复合,制备中空超保温粘胶纤维,形成具有超保温、抗菌、抗静电功能性结合的纤维;利用轻质气凝胶的隔热保温效应,和石墨烯超高的比表面积、良好的红外发射率及优异的导电性等特点,开发出具有良好超保温、抗菌、抗静电复合功能的纺织复合材料,能显著提高保温防寒被服类的热舒适性和安全性。

[0022] 本发明将石墨烯材料与轻质气凝胶复合,进行中空超保温粘胶纤维制备,具有广阔的市场前景和实际应用意义。

[0023] 本发明实施例还提供一种石墨烯中空超保温的粘胶纤维的制备方法,该方法为:

[0024] 纤维素经过喂粕、浸渍、压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕;

[0025] 将石墨烯与轻质 $Si0_2$ 气凝胶的表面活化预处理粉末加入到1000份含8-9%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,然后进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在搅拌下加入150-260份浓度为160-266克/L的NaHCO $_3$ 溶液,之后,通过纺丝机纺丝、卷曲、定型、牵切,按照要求加工成石墨烯中空超保温的粘胶纤维。

[0026] 具体地,在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质 $Si0_2$ 气凝胶80-100份、矿物剥离法制备的石墨烯粉末10-30份、KH350硅烷偶联剂0.6-2份,将混合后的材料等分为8-12份,每加入一层轻质 $Si0_2$ 气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入KH350硅烷偶联剂,完全加入

后,在1500-2500转/分速度下,搅拌1-1.5小时,形成石墨烯材料与轻质Si 0_2 气凝胶的表面活化预处理粉末。

[0027] 在1200-2000转/分搅拌下加入150-260份160-260克/L NaHCO。溶液。

[0028] 所述石墨烯粉末为矿物剥离法制备黑色粉末,均为10层以下,单层石墨烯含量: 60-80%,平均粒径为0.2-0.9um。

[0029] 所述轻质Si 0_2 气凝胶为白色粉末,平均粒径180-260nm,比表面积:450-600㎡/g,密度:36-42g/L。

[0030] 实施例1

[0031] 1.0DTex石墨烯中空超保温粘胶纤维

[0032] 选用石墨烯材料为矿物剥离法制备黑色粉末,采用TEM等分析均为10层以下,单层石墨烯含量:80%,平均粒径为0.2um。轻质SiO₂气凝胶为白色粉末,平均粒径180nm,比表面积: $600m^2/g$,密度:36g/L。

[0033] 1、石墨烯材料与轻质SiO₂气凝胶表面活化处理的方法具体为:

[0034] 在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质 $Si0_2$ 气凝胶80份、矿物剥离法制备的石墨烯材料粉末10份,KH350硅烷偶联剂0.6份。将混合后的材料等分为8份,每加入一层轻质 $Si0_2$ 气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入1份KH350硅烷偶联剂。完全加入后,在1500转/分速度下,搅拌1小时。形成石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶表面活化预处理粉末。

[0035] 2、按照常规粘胶纤维生产流程,对各类植物纤维制成的纤维素,经过喂粕、浸渍、压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕,按照重量比将石墨烯材料与轻质Si0₂气凝胶表面活化预处理粉末2份,加入到1000份含9%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,形成石墨烯材料与轻质Si0₂气凝胶浆粕。

[0036] 3、将石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶浆粕进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在1200转/分搅拌下加入260份260克/L NaHCO $_3$ 溶液、纺丝机纺丝,卷曲、定型、牵切,按照要求加工成一定长度、纤度、卷曲的石墨烯中空超保温粘胶纤维。

[0037] 将石墨烯中空超保温粘胶纤维制备为210克/平米絮片,其保温率为91%,克罗值: 5.65,金黄葡萄球菌的抑菌率为99%,大肠杆菌的抑菌率为99%,白色念珠菌的的抑菌率为99%,纤维质量比电阻为 $9.84\times10^7\Omega$,中空度:98%,具有良好的抗保暖、静电、抗菌性能,经50次洗涤之后,各类性能降低均小于3%。

[0038] 实施例2

[0039] 1.33DTex石墨烯中空超保温粘胶纤维

[0040] 选用石墨烯材料为矿物剥离法制备黑色粉末,采用TEM等分析均为10层以下,单层石墨烯含量:60%,平均粒径为0.9um。轻质 $Si0_2$ 气凝胶为白色粉末,平均粒径180nm,比表面积:450m²/g,密度:42g/L。

[0041] 1、石墨烯材料与轻质SiO₂气凝胶表面活化处理的方法具体为:

[0042] 在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质 $Si0_2$ 气凝胶100份、矿物剥离法制备的石墨烯材料粉末30份,KH350硅烷偶联剂2份。将混合后的材料等分为12份,每加入一层轻质 $Si0_2$ 气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入1份KH350硅烷偶联剂。完全加入后,在1500转/分速度下,搅拌1.5小时。形成石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶表面活化预处理粉末。

[0043] 2、按照常规粘胶纤维生产流程,对各类植物纤维制成的纤维素,经过喂粕、浸渍、

压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕,按照重量比将石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶表面活化预处理粉末2份,加入到1000份含8%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,形成石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶浆粕。

[0044] 3、将石墨烯材料与轻质SiO₂气凝胶浆粕进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在1200 转/分搅拌下加入150份160克/L NaHCO₃溶液、纺丝机纺丝,卷曲、定型、牵切,按照要求加工成一定长度、纤度、卷曲的石墨烯中空超保温粘胶纤维。

[0045] 将石墨烯中空超保温粘胶纤维制备为210克/平米絮片,其保温率为80%,克罗值: 2.50,金黄葡萄球菌、大肠杆菌、白色念珠菌的抑菌率均大于99%,纤维质量比电阻为6.33 $\times 10^7 \Omega$,中空度:92%,具有良好的抗保暖、静电、抗菌性能,经50次洗涤之后,各类性能降低均小于3%。

[0046] 实施例3

[0047] 1.50DTex石墨烯中空超保温粘胶纤维

[0048] 选用石墨烯材料为矿物剥离法制备黑色粉末,采用TEM等分析均为10层以下,单层石墨烯含量:70%,平均粒径为0.6um。轻质Si 0_2 气凝胶为白色粉末,平均粒径220nm,比表面积: $525\text{m}^2/\text{g}$,密度:39g/L。

[0049] 1、石墨烯材料与轻质SiO。气凝胶表面活化处理的方法具体为:

[0050] 在高速搅拌反应釜中,按照重量比称取轻质 $Si0_2$ 气凝胶90份、矿物剥离法制备的石墨烯材料粉末20份,KH350硅烷偶联剂1.3份。将混合后的材料等分为10份,每加入一层轻质 $Si0_2$ 气凝胶、石墨烯材料粉末后,喷雾加入1份KH350硅烷偶联剂。完全加入后,在2000转/分速度下,搅拌1.2小时。形成石墨烯材料与轻质 $Si0_2$ 气凝胶表面活化预处理粉末。

[0051] 2、按照常规粘胶纤维生产流程,对各类植物纤维制成的纤维素,经过喂粕、浸渍、压榨、粉碎、老成、冷却、黄化、研磨、后溶解、熟成、过滤、再熟成、再过滤,形成熟成后浆粕,按照重量比将石墨烯材料与轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶表面活化预处理粉末6份,加入到1000份含8.5%纤维素的粘胶纺丝熟成后浆粕中,搅拌均匀,形成石墨烯材料与轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶浆粕。

[0052] 3、将石墨烯材料与轻质 $\mathrm{Si0}_2$ 气凝胶浆粕进行过滤、脱泡罐脱泡阶段喷雾并在1600转/分搅拌下加入210份210克/L NaHCO $_3$ 溶液、纺丝机纺丝,卷曲、定型、牵切,按照要求加工成一定长度、纤度、卷曲的石墨烯中空超保温粘胶纤维。

[0053] 将石墨烯中空超保温粘胶纤维制备为210克/平米絮片,其保温率为86%,克罗值: 4.30,金黄葡萄球菌的抑菌率为98%,大肠杆菌的抑菌率为99%,白色念珠菌的的抑菌率为95%,纤维质量比电阻为 $7.86\times10^7\Omega$,中空度: 95.8%,具有良好的抗保暖、静电、抗菌性能,经50次洗涤之后,各类性能降低均小于3%。

[0054] 需要说明的是,在本文中,术语"包括"、"包含"或者其任何其他变体意在涵盖非排他性的包含,从而使得包括一系列要素的过程、物品或者装置不仅包括那些要素,而且还包括没有明确列出的其他要素,或者是还包括为这种过程、物品或者装置所固有的要素。在没有更多限制的情况下,由语句"包括一个……"限定的要素,并不排除在包括该要素的过程、物品或者装置中还存在另外的相同要素。

[0055] 以上所述,仅为本发明的较佳实施例而已,并非用于限定本发明的保护范围。