湖南省大学生研究性学习和创新性实验计划

项　 目　 申　 报　 表

|  |
| --- |
| 项目名称: 环境友好发光纤维的制备和性能研究 |
| 学校名称 | 中南林业科技大学 |
| 学生姓名 | 学 号 | 专 业 | 性 别 | 入 学 年 份 |
| 杨嘉欣 | 20150499 | 材料化学 | 女 | 2015 |
| 张丹丹 | 20150504 | 材料化学 | 女 | 2015 |
| 王荣荣 | 20150496 | 材料化学 | 女 | 2015 |
| 许阳 | 20150498 | 材料化学 | 女 | 2015 |
| 指导教师 | 张新民 | 职称 | 教授 |
| 项目所属一级学科 | 材料科学与工程 | 项目科类(理科/文科) | 理科 |
| 学生曾经参与科研的情况本人从大二第一学期开始就进入张新民老师的实验室，进行稀土发光材料的制备和合成的研究，通过努力学习，取得了较好的实验结果，学术论文正在整理撰写中。 |
| 指导教师承担科研课题情况指导老师张新民教授（博士），师从苏锵院士，曾参与国家“973”、“863”和国家自然科学基金项目（20171046）等多项课题，主要课题有： 1，[含富勒烯C60稀土配合物的设计、合成和发光性质研究](http://cwis.scut.edu.cn:6060/sc_kych/manage/member/project.do?action=read&projectNO=B15B6060620%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20)，广东省自然科学基金，主持（No：06300149）； 2，以木材为生物模板制备新型稀土掺杂硼酸盐发光材料， 教育部留学回国人员科研启动基金2011年第41批次； 3，以木材为生物模板制备新型硼酸盐发光材料及其性能研究，湖南省科技计划项目，主持，（No：2010FJ3092）； 4，用于白光LED绿色照明灯具的荧光材料的制备和性能研究，湖南省住房和城建设厅，2011.1-2012.12， No:201020； 5，非放射性环保蓄能发光材料的制备和性能研究，湖南省环保厅； 6，高等林业院校材料类硕士研究生创新能力培养研究，湖南省教育厅学位教改课题。 |
| 项目研究和实验的目的、内容和要解决的主要问题发光纤维在我国主要应用于服装领域,但由于其生产成本较高,只能用来生产高档服装,这就使其生产和发展受到了限制。为了提高发光纤维的产品附加值,扩大发光纤维的应用领域,积极开发新型功能化发光纤维具有十分重要的意义。近年来,国内外相继报道了具有亲水、抗菌、染色、导电等功能改性的发光纤维,而发光纤维的研究却鲜有报道。发光纤维是指在一般光照或特殊光照条件下可瞬时或持续发光的功能纤维,分为蓄光纤维(长余辉发光纤维或夜光纤维)和荧光纤维两大类,可广泛应用于安全、装饰、防伪、军事装备和服装、交通、航空等众多行业和领域之中,市场潜力巨大。鉴于以上分析,可以认为,发光纤维的研究开发是功能化发光纤维的又一重点研究方向。目前国内外尚无荧光发光纤维的相关研究报道,且蓄光型发光纤维的研究也不够深入。因此,在现有研究的基础上,系统地研究开发荧光及蓄光等发光纤维,对于提高发光纤维的附加值、拓展发光纤维的应用领域等都具有积极的推进作用。我国是稀土资源大国,各种稀土资源储量丰富,但是对上游稀土产品的开发应用与国际社会相比仍处于弱势地位。稀土长余辉材料是一种新兴的蓄能型功能性材料,能够吸收光能并在暗处发出各种颜色的色光,它无污染、无放射性、绿色节能。在纺丝过程中加入稀土长余辉材料,制备具有光致发光特性的稀土夜光纤维是把传统纺织行业与高新技术产品的有机结合。夜光纤维中最常用的长余辉材料是具有良好余辉性能的稀土铝酸盐,但是随着稀土夜光纤维市场化的不断推广,稀土铝酸盐长余辉材料因其耐水性差、发光颜色单一等不足已不能满足增长的市场需求。所以，研究开发具有更好的耐水性、耐酸碱腐蚀性,以及更加丰富的色光的长余辉材料，可以弥补铝酸盐长余辉材料的不足,使夜光纤维具有更广阔的应用前景。**研究内容：**首先,采用高温固相法合成Sr2MgSi2O7:Eu2+,Dy3+长余辉材料,分别研究助熔剂用量、稀土离子Eu2+与Dy3+的掺量及煅烧温度等因素对材料余辉性能的影响,并寻求在给定水平范围内的最佳工艺配比。其次,探索溶胶-凝胶法的合成工艺并成功制备Sr2MgSi2O7:Eu2+,Dy3+长余辉材料。对样品进行物相结构、激发发射光谱、余辉特性及表面形貌等性能的表征分析,并与高温固相法合成的材料样品进行分析比较。最后,选择性能优良的Sr2MgSi2O7:Eu2+,Dy3+长余辉材料，采用发光工艺，优选合适的偶联剂对其进行预处理,以提高发光粉末在NMMO水溶液中的分散稳定性,并制备不同发光粉含量的长余辉发光纤维,探讨发光粉含量对发光纤维结构与性能的影响。通过对夜光纤维各项性能的表征分析,确定制备稀土硅酸镁夜光纤维的可行性。**要解决的主要问题**：1. 合成出性能优良的Sr2MgSi2O7:Eu2+,Dy3+长余辉材料；
2. 制备出节能型长余辉发光纤维。
 |
| 国内外研究现状和发展动态夜光纤维是指在纺丝过程中加入长余辉材料在暗处能够发光的一类功能性纤维。夜光纤维的发光性能取决于添加的长余辉材料,同时长余辉材料也会影响纤维的物理化学性能。近十年来,随着长余辉材料种类的丰富与性能的完善,夜光纤维的研究也得到了飞速发展。最早出现的夜光纤维始于1998年,通过在纺丝高聚物中添加硫化锌等第一代长余辉材料制备而成。这种夜光纤维经紫外光激发后在暗处可以发出绿色光,但是它的余辉亮度低、余辉时间短、暴露在空气中易老化分解,因此并未得到广泛推广。2002年,美国公司为了改善硫化物夜光纤维的不足,在纺丝过程中添加同位素钷147,这类夜光纤维的余辉性能得到了较大改善,但是钷147具有强放射性,会对人体及周围环境造成损害,所以也没有得到应用。2000年开始,日本公司以高聚物作为壳成分,长余辉材料作为芯结构成功制备了具有皮芯结构的夜光纤维,壳结构对长余辉材料具有较好的保护作用,避免了夜光纤维在使用过程中因长余辉材料耐水性、耐酸碱性等问题造成的发光性能损耗。同时,这种夜光纤维还可以在高聚物表面染色,制备具有不同色彩的彩色夜光纤维,但是染色后纤维的发光性能受到较大影响。在国内,夜光纤维的研究制备较晚,主要使用表面涂层法,它是把长余辉材料溶于适当溶剂中,并与树脂液等粘合剂混合制成有机色浆,把纱线浸过长余辉材料色浆后进行一系列后续处理,即可获得夜光效果。表面涂层法操作简单,效率高,但是得到的产品手感差、舒适度低,耐水洗性、耐候性以及发光性能等都亟需提高,无法满足后续生产织造的需要。由江南大学与无锡宏源化纤有限公司合作研究开发的稀土铝酸锶夜光纤维,是一种高性能的功能性纤维,属国内首创,弥补了国内夜光纤维领域的不足,经多家机构检测,该种夜光纤维完全符合服用纤维要求,目前已申请专利。稀土铝酸锶夜光纤维是以聚酯、聚酰胺、聚丙烯等高聚物为基材,添加具有良好发光性能的稀土铝酸锶长余辉材料以及多种功能性助剂,经特种纺丝工艺制备而成的功能性纤维,只要接受人工光源或自然光照射一段时间,可以在黑暗中发光十小时以上,是一种无污染、无放射性、绿色节能并可循环使用的蓄能型功能纤维。稀土铝酸锶夜光纤维市场发展趋势良好,获得国内外多家企业公司的认可。目前,夜光纤维终端产品的开发取得较大进展,常见的产品有夜光编织袋、夜光玩具、夜光T恤以及各种夜光刺绣产品等。稀土铝酸锶夜光纤维的制备工艺已经趋于完善,因其良好的发光性能得到工业化生产,但是该类夜光纤维也存在较多不足。纤维中使用的长余辉材料是由高温固相法制备而成,材料粉体粒度分布不匀、粒径粗大,为了保证纺丝过程的连续性，降低断头率,一般夜光纤维都较粗;形状不规则的粉体颗粒会增大纤维的摩擦力,影响服用舒适度;耐水洗性与化学稳定性较差;发光颜色单一等,这些都极大的限制了夜光纤维的应用。随着稀土长余辉材料研究的不断进展,稀土硅酸盐长余辉材料的余辉性能得到了极大改善,与稀土铝酸盐长余辉材料相比它具有更好的耐水性与化学稳定性,发光颜色多样。稀土硅酸盐夜光纤维可以有效地弥补稀土铝酸盐夜光纤维的不足,拓展夜光纤维的应用。曹可等人采用发光工艺,以青绿色发光稀土铝酸盐作为添加物,制备出了发光性能合格的蓄光型自发光发光纤维。发光纤维继承了稀土铝酸盐粉末良好的发光性能,吸收可见光范围广、余辉时间长,含10%稀土铝酸盐的纤维其余辉达到了 10 min,余辉亮度26 mcd/m2,60 min余辉亮度4.3 mcd/m2,有效余辉(〉0.3 mcd/m2)时间大于10 h。与无添加的发光纤维相比,发光纤维的断裂强度下降了 17.6%,断裂伸长率增加了25%。然而,该法中直接使用87%的NMMO水溶液(即NMM(>H20)作为纤维素的直接溶剂。由于该溶剂的熔点较高,常温下为固体,因此很难保证发光粉末在其中的均匀分散。此外,对于荧光发光纤维,目前国内外尚无相关研究报道。**参考文献**：1. 葛明桥,虞国炜.彩色与彩色光稀土夜光纤维的开发及应用[J].针织工业,2004, 32(4): 65-67.
2. 赵菊梅,郭雪峰,葛明桥,等.稀土铝酸锶夜光纤维的发光性质[J].纺织学报,2008,29(11):1-5.
3. 肖志国,肖志强.硅酸盐长余辉发光材料及其制造方法:中国,98105078[P].1998-09-30.
4. 曹可,唐国翌,缪春燕等.发光纤维的制备[J].合成纤维,2008(6):13-15.
 |
| 本项目学生有关的研究积累和已取得的成绩1. 完成有机，无机，分析化学的学习，积累了化学理论基础。
2. 完成有机，无机，分析化学的课程，积累了化学实验的操作能力。
3. 参与我校材料学院举办的“绿色材料展”，探究了废旧报纸制作耐火纸的课题，制得耐火纸达到预期效果。
 |
| 项目的创新点和特色1. 发光纤维是一种新型的纤维素纤维,它是通过将纤维素直接溶解在有机溶剂N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)和水的混合溶剂中进行干湿法纺丝制得的。其制造工艺简单,溶剂无毒,可以回收、无环境污染,而且原料是取之不尽,用之不竭的天然纤维素,纤维的性能又优于普通粘胶纤维,因此被称为“绿色纤维”；2. 夜光型发光纤维节能，用途广泛 |
| 项目的技术路线及预期成果1. 长余辉材料高温固相合成。

1. 长余辉材料溶胶-凝胶法合成

1. 长余辉发光材料的结构和性能表征，包括XRD，SEM，激发和发射光谱等；
2. 发光纤维的纺制：将50%的NMMO水溶液减压蒸馏至74%,然后将其与一定量发光粉(荧光粉或长余辉发光粉)混合,磁力搅拌1.5h,超声处理20分钟,重复上述步骤,使发光粉分散均匀,然后减压蒸馏一定时间形成NMMO-H2O/发光粉悬洩液。在自制溶解釜中与纤维素浆粨均匀混合,在100°C下真空搅拌溶解3h后,制得不同发光粉含量的纺丝原液(纤维素浓度为10wt%)，采用单孔纺丝装置,将制得的发光纺丝液通过干湿法纺丝分别制得荧光发光纤维或长余辉发光纤维。
3. 发光纤维的发光性能测试。

预期目标和成果：1. 培养学习和研究兴趣，锻炼动手能力，具备初步的文献阅读能力，分析问题和解决问题的能力；
2. 培养创新思维和创新能力；
3. 获得比较好的实验结果，在核心以上刊物上发表一篇研究论文。
 |
| 年度目标和工作内容（分年度写）2017.6-2018.6：文献调研和分析，实验方案的设计；采用高温固相法合成硅酸盐、铝酸盐掺Eu2+,Dy3+和其它稀土或者过渡金属离子的长余辉材料以及结构和性能测试；溶胶-凝胶法合成硅酸盐、铝酸盐掺Eu2+,Dy3+和其它稀土或者过渡金属离子的长余辉材料以及结构和性能测试。2018.6-2019.6：制备节能型长余辉发光纤维以及性能测试；撰写研究论文和专利，总结结题。 |
| 指导教师意见签字： 日期： |

注：本表栏空不够可另附纸张