



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108927014 A

(43)申请公布日 2018.12.04

(21)申请号 201810832035.X

*D01F 6/50*(2006.01)

(22)申请日 2018.07.26

*D06M 13/207*(2006.01)

*D06M 101/24*(2006.01)

(71)申请人 苏州市天翱特种织绣有限公司

地址 215011 江苏省苏州市高新区树园路  
153号

(72)发明人 李德喜 陈宗明

(74)专利代理机构 南京正联知识产权代理有限  
公司 32243

代理人 顾伯兴

(51)Int.Cl.

*B01D 71/44*(2006.01)

*B01D 69/12*(2006.01)

*B01D 67/00*(2006.01)

*B01D 46/54*(2006.01)

*D01F 1/10*(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:S1.将纳米粉煤灰溶解于盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;S2.将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰混合改性,得到改性纳米颗粒;S3.将PVA溶解于去离子水中配置成PVA纺丝液;S4.将改性纳米颗粒加入纺丝液中,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;S5.分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,得到纯PVA膜和改性PVA膜;S6.将步骤S5制备的两种PVA膜进行防水整理;S7.然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理得到复合空气过滤膜。本发明制备的过滤膜的过滤效果非常优异。

1. 一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:3-6的质量比溶解于浓度为5-15wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:0.3-1.5混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在860-930℃焙烧130-150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将PVA溶解于去离子水中配置成浓度为10-20wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为0.5-3.5wt%,在水浴为40-50℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理得到复合空气过滤膜。

2. 根据权利要求1所述的口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于:所述步骤S3中PVA的平均分子质量为20000-30000 g/mol,水解度88%。

3. 根据权利要求1所述的口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于:所述步骤S5中采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm。

4. 根据权利要求1所述的口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于:所述步骤S6中防水整理为将PVA膜浸泡于浓度为23.5-28wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为50-60℃下浸泡30-60min。

5. 根据权利要求1所述的口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于:所述步骤S7中热处理的温度为170-180℃,热处理时间为120-160min。

6. 根据权利要求1所述的口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,其特征在于:所述步骤S7中复合方法为改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜。

## 一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纺织材料领域,具体涉及一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法。

### 背景技术

[0002] 市场上的口罩一般分为两大类,一类以活性炭或者棉布为主要材料制造而成,相比其它材料,这两种材料对空气中颗粒物的拦截吸附能力较好。然而,粒径小于纤维孔隙的微粒,如PM<sub>2.5</sub>,总能穿过过滤层,进入到人体肺部,威胁心肺功能,对健康造成不利影响。另外一类口罩应用高科技材料作为滤芯,虽然能够有效地过滤空气中的PM<sub>2.5</sub>,但却给人的呼吸过程带来很大阻力,缺乏一定的舒适度。基于此,我们考虑探究一种新型材料作为口罩滤芯。静电纺丝是一种特殊的纤维制造工艺,可以制备出纤维直径在微纳米量级的聚合物细丝。

### 发明内容

[0003] 要解决的技术问题:本发明的目的是提供一种PVA复合空气过滤膜,得到的过滤膜具有很强的吸附和拦截能力,为制造新型口罩提供了一个较好的选择。

[0004] 技术方案:一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:3-6的质量比溶解于浓度为5-15wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:0.3-1.5混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在860-930℃焙烧130-150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将PVA溶解于去离子水中配置成浓度为10-20wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为0.5-3.5wt%,在水浴为40-50℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理得到复合空气过滤膜。

[0005] 进一步的,所述步骤S3中PVA的平均分子质量为20000-30000 g/mol,水解度88%。

[0006] 进一步的,所述步骤S5中采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm。

[0007] 进一步的,所述步骤S6中防水整理为将PVA膜浸泡于浓度为23.5-28wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为50-60℃下浸泡30-60min。

[0008] 进一步的,所述步骤S7中热处理的温度为170-180℃,热处理时间为120-160min

进一步的,所述步骤S7中复合方法为改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜。

[0009] 有益效果:本发明的PVA复合空气过滤膜具有以下优点:首先本发明的空气过滤膜

具有很强的过滤和吸附作用,其次加入粉煤灰和高岭土,由于粉煤灰和高岭土的多孔结构,对空气中的固体颗粒具有很强的吸附作用,最后通过静电纺丝,得到的薄膜自身带有静电,具有多孔结构,其纤维直径在2至3微米之间,并通过多层复合,使得本发明的过滤的膜的过滤效果更加好。

## 具体实施方式

### [0010] 实施例1

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:3的质量比溶解于浓度为15wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:0.3混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在860℃焙烧150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将分子质量为20000g/mol,水解度88%的PVA溶解于去离子水中配置成浓度为20wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为0.5wt%,在水浴为50℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜分别浸泡于浓度为28wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为50℃下浸泡60min,进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理温度为170℃,热处理时间为120min,将改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜,得到复合空气过滤膜。

### [0011] 实施例2

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:6的质量比溶解于浓度为5wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:1.5混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在930℃焙烧150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将分子质量为30000g/mol,水解度88%的PVA溶解于去离子水中配置成浓度为10wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为3.5wt%,在水浴为50℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜分别浸泡于浓度为28wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度

为60℃下浸泡30min,进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理温度为180℃,热处理时间为160min,将改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜,得到复合空气过滤膜。

#### [0012] 实施例3

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:3的质量比溶解于浓度为12wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:0.5混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在880℃焙烧150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将分子质量为24000 g/mol,水解度88%的PVA溶解于去离子水中配置成浓度为12wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为3wt%,在水浴为50℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜分别浸泡于浓度为25-27wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为50℃下浸泡30min,进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理温度为170℃,热处理时间为150min,将改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜,得到复合空气过滤膜。

#### [0013] 实施例4

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:6的质量比溶解于浓度为8wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:1.2混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在910℃焙烧130min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将分子质量为28000 g/mol,水解度88%的PVA溶解于去离子水中配置成浓度为18wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为1.5wt%,在水浴为40℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜分别浸泡于浓度为25-27wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为60℃下浸泡60min,进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理温度为180℃,热处理时间为130min,将改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜,得到复合空气过滤膜。

## [0014] 实施例5

一种口罩中PVA复合空气过滤膜的制备方法,包括以下步骤:

S1. 将纳米粉煤灰按照1:3-6的质量比溶解于浓度为19wt%的盐酸溶液中,采用湿法研磨后,过滤,洗净盐酸,烘干后备用;

S2. 将纳米高岭土和步骤S1中制备的粉煤灰按质量比1:1混合均匀,加入水,用模具压成型,干燥后在900℃焙烧150min,冷却后用研钵研磨后过25000目筛,得到改性纳米颗粒;

S3. 将分子质量为26000 g/mol,水解度88%的PVA溶解于去离子水中配置成浓度为15wt%的PVA纺丝液;

S4. 将改性纳米颗粒加入纺丝液中,纳米颗粒的浓度为2wt%,在水浴为45℃下超声分散均匀,得到含有改性纳米颗粒的PVA纺丝液;

S5. 分别用步骤S3和S4.制备的PVA纺丝液分别进行纺丝,采用螺旋式纺丝机,纺丝参数设置为纺丝距离为20cm,电压为80kV,纺丝头旋转速率为10rpm,得到纯PVA膜和改性PVA膜;

S6. 将步骤S5制备的两种PVA膜分别浸泡于浓度为27wt%的柠檬酸乙醇溶液中在温度为55℃下浸泡40min,进行防水整理;

S7. 然后将改性PVA膜和纯PVA膜复合后,热处理温度为175℃,热处理时间为140min,将改性PVA膜和纯PVA膜三层复合,中间层为改性PVA膜,得到复合空气过滤膜。

## [0015] 对比例1

对比例1中纳米粉煤灰和高岭土未处理,直接添加到PVA纺丝液中。

## [0016] 对比例2

对比例2中直接制备改性PVA膜,不复合直接过滤。

[0017] 采用Certi Test 8130型全自动过滤测试仪,在室温条件下,测量气体过滤效率和过滤阻力(毫米水柱高度压力的压降)。采用氯化钠(NaCl)气溶胶作为过滤介质,用BS224S型Sartorius电子天平称取20 g NaCl固体,加入到1000 mL去离子水中,在室温条件下,用玻璃棒搅拌至固体完全溶解,得到均匀的浓度为5wt%的测试用NaCl溶液,通过测试仪器转化为NaCl气溶胶。气溶胶颗粒质量中值直径为260 nm,数量中值直径为75 nm。将PVA纳米纤维膜连同基布一起进行测试,有效面积100 cm<sup>2</sup>,根据GB 19083-2010《医用防护口罩技术要求》,气溶胶流量85 ± 0.2 L/min,每种试样测3次,取平均值。

## [0018]

	透气率 (mm/s)	气溶胶颗粒拦截率 (%)
实施例 1	44.39	99.67
实施例 2	48.58	99.78
实施例 3	46.98	99.99
实施例 4	39.56	99.56
实施例 5	45.45	99.99
对比例 1	48.24	92.38
对比例 2	89.34	89.70