



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110452402 A

(43)申请公布日 2019.11.15

(21)申请号 201910724350.5

(22)申请日 2019.08.07

(71)申请人 广西大学

地址 530004 广西壮族自治区南宁市西乡塘区大学东路100号

(72)发明人 刘杨 姚明珠 赵辉 易铨  
黄崇杏 陆光海 禹业帆 蒙香江

(74)专利代理机构 北京众达德权知识产权代理有限公司 11570

代理人 刘杰

(51)Int.Cl.

C08J 5/18(2006.01)

C08L 1/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法

(57)摘要

本发明公开了一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,属于生物质绿色纤维材料及环保材料领域。本发明将纤维素原料依次通过酶解预处理、机械研磨和成型干燥等步骤最终得到疏水高透气纤维膜。本发明方法制备的纤维素膜结构密实,机械性能优异,透明度高,疏水性强,水接触角平均值可至 $106^\circ$ ,透气性可达 $75.77\text{s}/(\text{in}^2 \cdot 100\text{cc} \cdot 1.22\text{KPa})$ ;本发明的纤维素膜制备过程中未使用化学药品,不需要复杂的化学反应过程,无需复杂的工艺和高昂的设备投入;所得纤维素膜的水接触角可达 $106^\circ$ ,具有较好的耐水性,可在高湿度环境中使用。



1. 一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 酶解预处理:将纤维素原料用纤维素酶在水浴加热条件下进行酶解预处理,得到浆料;

(2) 机械研磨:将步骤(1)所得浆料冲洗后,利用高浓盘磨机对纤维素进行盘磨机械法研磨处理,使纤维素微纤化并实现纤维素部分无定形区的破坏、纤维素表面分子的部分溶解和半纤维素的溶出,得到微米/纳米纤维素悬浮液;

(3) 成型干燥:将步骤(2)所得微米/纳米纤维素悬浮液采用流延法进行成型处理,干燥后即得到所述疏水高透气纤维膜。

2. 根据权利要求1所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,步骤(1)中所述纤维素原料为甘蔗渣、棉花、麦草、芦苇、桑皮或黄麻;所述纤维素原料采用纤维素舒解机40000rpm进行分散预处理。

3. 根据权利要求1所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,步骤(1)中所述纤维素酶预处理条件为:酶解时间为30min,酶解温度50℃。

4. 根据权利要求1所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,步骤(2)中采用高浓盘磨机处理纤维素悬浮液时,高浓盘磨机磨盘之间的间距为0.01-0.07mm;纤维素悬浮液中纤维素含量为5-30wt%;研磨次数为5-30次。

5. 根据权利要求1所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,步骤(3)中所述流延法成型前对步骤(2)所得微米/纳米纤维素悬浮液进行超声处理和磁力搅拌处理;所述磁力搅拌转速为600rpm;所述微米/纳米纤维素悬浮液定量为15g/cm<sup>2</sup>。

6. 根据权利要求1所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,步骤(3)中所述干燥处理在鼓风干燥箱中进行。

7. 根据权利要求6所述的机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,其特征在于,所述鼓风干燥箱干燥温度为35-45℃。

## 一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于绿色纤维材料及环保微纳米材料领域,具体地说是一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法。

### 背景技术

[0002] 纤维素是地球上最丰富的生物高分子,它主要存在于高等植物的细胞壁中。微纳米纤维素不仅具有原材料来源广、强度高、比表面积大、生物相容性好、可生物降解、可再生循环利用等优点;同时由于直径在几到几十纳米尺寸范围、长度在几到几十微米尺度,直径小、长径比大,还兼具优异的力学性能。这些显著的特性使其有潜力制成透明微纳米纤维素薄膜纸,用于包装、耐高温柔性电子元器件基底、微流体芯片等高端领域。

[0003] 然而,纳米纤维素表面含有大量功能基团-羟基,极易吸水,致使透明纳米纸吸水性高,在包装、电子器件、微流体芯片等领域的直接应用受到限制。

[0004] 目前,常见方法制得的纤维素纳米膜表面有大量亲水基团的存在,纤维素膜材料通常对湿度敏感、对水耐受性差,纤维素膜在吸湿后会出现润胀变形、强度降低和阻隔性变差等问题。另外,在制备复合材料时,亲水的纤维素也存在与其它疏水性基质兼容性的问题。针对纳米纤维素的疏水改性已有大量文献报道,物理吸附和化学改性是常用的方法。物理表面吸附主要是通过水性亲和力、静电吸引、氢键或者范德华力的作用,在CNF表面吸附表面活性剂、电性相反物质或者聚合物电解质来实现。化学改性是通过共价键链接的方式在纤维素表面引入各种小分子或者大分子。然而,这些处理方法一般都需要加热或者较长的处理时间,有时需要加入一些有毒性的化学试剂,而且处理效率不高,难以规模化生产。

[0005] 综上所述,纤维素膜的疏水性研究过程依然存在很多问题,纤维素微纤化过程依然存在很多问题阻碍着其规模化的生产和应用,如:预处理过程周期长、不环保、化学药品昂贵、难回收,制备成本高等问题。另外,传统方法制备的纤维素纳米膜耐水性较差,不易在潮湿环境下使用。若要进行疏水改性,需要进行复杂、成本高或环境不友好的后续处理。因此,迫切需要开发一种高效、可持续、低成本且对环境友好的方法来制备高性能的纤维素膜。故本发明提出一种机械法制备疏水高透气纤维膜的制备方法,以克服上述诸多问题,实现生产过程绿色、节能、环保,使新材料有望广泛应用于包装、微流体芯片、耐高温柔性电子元器件基底等高端领域。

[0006] 公开于该背景技术部分的信息仅仅旨在增加对本发明的总体背景的理解,而不应当被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已为本领域一般技术人员所公知的现有技术。

### 发明内容

[0007] 针对现有技术中存在的上述不足之处,本发明的目的是用简单的工艺制备一种疏水性高透气纤维膜,解决了现有方法制备的高能耗、高成本、无法大批量生产的技术问题。

[0008] 为实现上述目的,本发明所采用的技术方案如下:

[0009] 一种机械法制备疏水高透气纤维膜的方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 酶解预处理:将纤维素原料用纤维素酶在水浴加热条件下进行酶解预处理,得到浆料;

[0011] (2) 机械法研磨:将步骤(1)所得浆料冲洗后,利用高浓盘磨机对纤维素进行盘磨机械法研磨处理,使纤维素微纤化并实现纤维素部分无定形区的破坏、纤维素表面分子的部分溶解和半纤维素的溶出,得到微米/纳米纤维素悬浮液;

[0012] (3) 成型干燥:将步骤(2)所得微米/纳米纤维素悬浮液采用流延法进行成型处理,干燥后即得到所述疏水高透气纤维膜。

[0013] 作为优选,步骤(1)中所述纤维素原料为甘蔗渣、棉花、麦草、芦苇、桑皮或黄麻;所述纤维素原料采用纤维素舒解机40000rpm进行分散预处理。

[0014] 作为优选,步骤(1)中所述纤维素酶预处理条件为:酶解时间为30min,酶解温度50℃。

[0015] 作为优选,步骤(2)中采用高浓盘磨机处理纤维素悬浮液时,高浓盘磨机磨盘之间的间距为0.01-0.07mm;纤维素悬浮液中纤维素含量为5-30wt%;研磨次数为5-30次。

[0016] 作为优选,步骤(3)中所述流延法成型前对步骤(2)所得微米/纳米纤维素悬浮液进行超声处理和磁力搅拌处理;所述磁力搅拌转速为600rpm;所述微米/纳米纤维素悬浮液定量为15g/cm<sup>2</sup>。

[0017] 作为优选,步骤(3)中所述干燥处理在鼓风干燥箱中进行。

[0018] 作为优选,所述鼓风干燥箱干燥温度为35-45℃。

[0019] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0020] 本发明所制备的纤维素膜性能优异,结构密实、强度高、透明度高,疏水性好,透气性高达75.77s/(in<sup>2</sup>.100cc.1.22KPa);并且本发明的纤维素膜未经过任何疏水改性处理,不需要复杂的化学反应、不需要昂贵的化学试剂和仪器设备,在机械处理和成膜过程中纤维素表面可发生分子重排和重结晶;所得纳米纤维素膜的水接触角可达106°,可在高湿度环境下使用。

## 附图说明

[0021] 图1为实施例1中所得疏水高透气纤维素膜的疏水角图片;

[0022] 图2为实施例1中所得疏水高透气纤维素膜的扫描电镜图片;

[0023] 图3为实施例2中所得疏水高透气纤维素膜的疏水角图片;

[0024] 图4为实施例2中所得疏水高透气纤维素膜的扫描电镜图片;

[0025] 图5为实施例3中所得疏水高透气纤维素膜的疏水角图片;

[0026] 图6为实施例3中所得疏水高透气纤维素膜的扫描电镜图片。

## 具体实施方式

[0027] 参考下列实施例将更容易理解本发明,给出的实施例不是限制本发明的范围。

### [0028] 实施例1

[0029] (1) 将蔗渣浆料采用纤维素舒解机40000rpm进行分散预处理,待疏解后,用纤维素酶在50℃水浴加热条件下,利用纤维素酶进行酶解30min;

[0030] (2) 将酶解后的纤维素浆料用大量蒸馏水冲洗,除去酶液,利用高浓盘磨机对纤维

素进行盘磨机械法研磨处理,高浓盘磨机磨盘之间的间距为0.07mm;纤维素悬浮液中纤维素含量为30wt%;研磨次数为20次。研磨使纤维素微纤化并实现纤维素部分无定形区的破坏、纤维素表面分子的部分溶解和半纤维素的溶出,得到微米/纳米纤维素悬浮液;

[0031] (3) 将微米/纳米纤维素悬浮液进行磁力搅拌处理,磁力搅拌转速为600rpm,以微米/纳米纤维素悬浮液定量为15g/cm<sup>2</sup>采用流延法进行成型处理,鼓风干燥箱进行干燥处理,干燥温度为35℃,干燥后即得到所述疏水高透气纤维膜。

#### [0032] 实施例2

[0033] (1) 将蔗渣浆料采用纤维素舒解机40000rpm进行分散预处理,待疏解后,用纤维素酶在50℃水浴加热条件下,利用纤维素酶进行酶解30min;

[0034] (2) 将酶解后的纤维素浆料用大量蒸馏水冲洗,除去酶液,利用高浓盘磨机对纤维素进行盘磨机械法研磨处理,高浓盘磨机磨盘之间的间距为0.07mm;纤维素悬浮液中纤维素含量为30wt%;研磨次数为25次。研磨使纤维素微纤化并实现纤维素部分无定形区的破坏、纤维素表面分子的部分溶解和半纤维素的溶出,得到微米/纳米纤维素悬浮液;

[0035] (3) 将微米/纳米纤维素悬浮液进行磁力搅拌处理,磁力搅拌转速为600rpm,以微米/纳米纤维素悬浮液定量为15g/cm<sup>2</sup>采用流延法进行成型处理,鼓风干燥箱进行干燥处理,干燥温度为35℃,干燥后即得到所述疏水高透气纤维膜。

#### [0036] 实施例3

[0037] (1) 将蔗渣浆料采用纤维素舒解机40000rpm进行分散预处理,待疏解后,用纤维素酶在50℃水浴加热条件下,利用纤维素酶进行酶解30min;

[0038] (2) 将酶解后的纤维素浆料用大量蒸馏水冲洗,除去酶液,利用高浓盘磨机对纤维素进行盘磨机械法研磨处理,高浓盘磨机磨盘之间的间距为0.07mm;纤维素悬浮液中纤维素含量为30wt%;研磨次数为30次。研磨使纤维素微纤化并实现纤维素部分无定形区的破坏、纤维素表面分子的部分溶解和半纤维素的溶出,得到微米/纳米纤维素悬浮液;

[0039] (3) 将微米/纳米纤维素悬浮液进行磁力搅拌处理,磁力搅拌转速为600rpm,以微米/纳米纤维素悬浮液定量为15g/cm<sup>2</sup>采用流延法进行成型处理,鼓风干燥箱进行干燥处理,干燥温度为35℃,干燥后即得到所述疏水高透气纤维膜。

#### [0040] 性能测试试验

[0041] 分别测试本发明实施例1-3所得纤维素膜的厚度、弹性模量、耐折度、接触角和透气性,试验结果见下表1。

[0042] 表1本发明实施例1-3所得纤维素膜性能测试

[0043]

组别	厚度 ( $\mu\text{m}$ )	弹性模量 (MPa)	耐折度	接触角	透气性 (s/(in2.100cc.1.22KPa))
实施例 1	25.2	2745.55	1.42	96.6°	14.71
实施例 2	24.5	2317.91	1.70	106.0°	10.41
实施例 3	25.9	2804.43	1.50	94.0°	75.77

[0044] 从表1可以看出,本发明所制备的纤维素膜性能优异,结构密实,强度高,透明度

高,疏水性好,透气性高达75.77s/(in2.100cc.1.22KPa)。

[0045] 前述对本发明的具体示例性实施方案的描述是为了说明和例证的目的。这些描述并非想将本发明限定为所公开的精确形式,并且很显然,根据上述教导,可以进行很多改变和变化。对示例性实施例进行选择 and 描述的目的在于解释本发明的特定原理及其实际应用,从而使得本领域的技术人员能够实现并利用本发明的各种不同的示例性实施方案以及各种不同的选择和改变。本发明的范围意在由权利要求书及其等同形式所限定。



图1

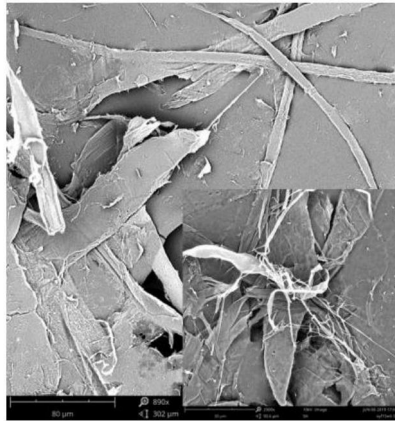


图2

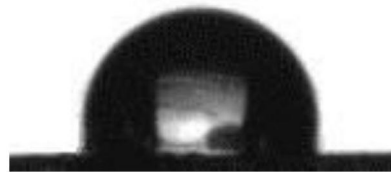


图3

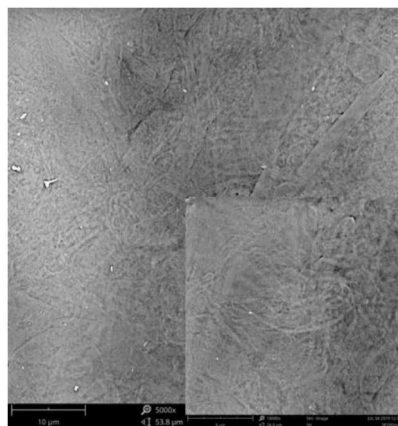


图4



图5

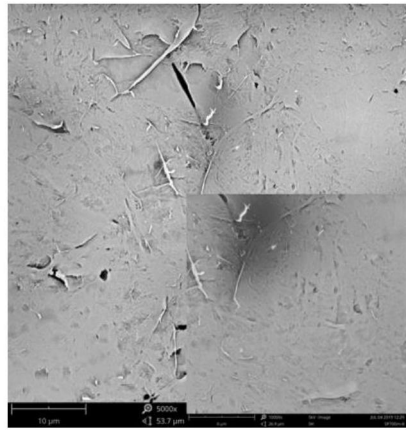


图6