



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105582744 B

(45)授权公告日 2017.12.19

(21)申请号 201510992985.5

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2015.12.25

B01D 39/14(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 唐湘

申请公布号 CN 105582744 A

(43)申请公布日 2016.05.18

(66)本国优先权数据

201510042712.4 2015.01.28 CN

(73)专利权人 武汉纺织大学

地址 430073 湖北省武汉市洪山区纺织路1号

(72)发明人 方东 王畅 柏自奎 李秀娟

晏伟 徐卫林

(74)专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限公司 11212

代理人 陈卫

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种蚕丝纳米纤维过滤材料、其制备方法及其应用

(57)摘要

本发明涉及一种蚕丝纳米纤维过滤材料、其制备方法及其应用，属于纺织用品技术领域。蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法包括如下步骤：1)将由脱胶蚕丝机械破碎至直径为50~150nm、长度为100nm~100 μm的蚕丝纳米纤维分散到去离子水中配置成浆料；2)将所述浆料喷涂到无纺布上，形成蚕丝纳米纤维与无纺布的复合膜，即得蚕丝纳米纤维过滤材料。该蚕丝纳米纤维过滤材料可以作为口罩等的材料。将蚕丝纳米纤维喷在无纺布上，无纺布不仅为蚕丝纳米纤维提供了支撑，也避免了单独使用蚕丝纳米纤维带来的机械强度低的缺点，还节约了蚕丝纳米纤维用量，降低了成本，同时所用的蚕丝纳米纤维可生物降解、环保，可以有效的过滤掉150nm以上的颗粒。

1. 一种蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 将由脱胶蚕丝机械破碎至直径为50~150nm、长度为100nm~100μm的蚕丝纳米纤维分散到去离子水中配置成浆料;

2) 将所述浆料喷涂到无纺布上,形成蚕丝纳米纤维与无纺布的复合膜,即得蚕丝纳米纤维过滤材料;

其中,步骤1)包括如下步骤:

a) 取脱胶处理后的蚕丝用去离子水清洗后,在20~30℃下干燥;

b) 将经步骤a)处理后得到的干燥的脱胶蚕丝加入到混合溶液中浸泡0~12h,溶胀蚕丝以减弱蚕丝内纳米原纤间的结合力,其中,所述混合溶液中包括小分子化合物、醇类及去离子水,小分子化合物与去离子水的质量比为0~1:200,醇类与去离子水的质量比为0~1:200,所述混合溶液与所述干燥的脱胶蚕丝的质量比为2000:1~1000:1;

c) 将经步骤b)处理后得到的脱胶蚕丝的溶液在破碎机中机械破碎2~6h;

d) 将经过步骤c)得到的溶液用离心分离或过滤分离收集产物,再将收集的产物用去离子水清洗后,在20~30℃下干燥,即得直径为50~150nm、长度为100nm~100μm的蚕丝纳米纤维。

2. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述无纺布选自熔喷、纺粘或针刺无纺布中的任意一种。

3. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述复合膜中蚕丝纳米纤维层的厚度为1~30μm。

4. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述蚕丝纳米纤维与去离子水的质量比为1:200~1:1000。

5. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述的小分子化合物为无机盐、弱酸或弱碱,其中,所述无机盐选自硫酸钙、氯化钙、氯化铵、硫酸铵、乙酸铵或硝酸铵中的任意一种;所述弱酸选自乙酸、丙酸、丁酸、戊酸或草酸中的任意一种;所述弱碱选自氨水、苯胺或六亚甲基四胺中的任意一种。

6. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述醇类选自甲醇、乙醇、丙醇或丁醇中的任意一种。

7. 根据权利要求1所述的蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于:所述破碎机选自高压细胞破碎机、乳化机、匀浆机或高速搅拌器中的任意一种。

一种蚕丝纳米纤维过滤材料、其制备方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种蚕丝纳米纤维过滤材料、其制备方法及其应用，属于纺织用品技术领域。

背景技术

[0002] 当今世界经济发展迅速，人们生活水平显著提高。但是经济发展的同时，也带来了严峻的环境问题。工业生产、日常发电、汽车尾气排放等过程中经过燃烧而排放的残留物对人的呼吸健康影响巨大。尤其是空气中直径小于 $2.5\mu\text{m}$ 的极细颗粒(PM 2.5)，它们是造成大气阴霾和人类肺癌的最大元凶。

[0003] 目前的口罩用过滤材料，主要是传统的非织布无纺布纤维或者橡塑等滤材，这些材料制备的口罩防尘效果差或者透气性能差。如中国实用新型专利公开号ZL02232615.4，公开日期为2003年6月4日，发明名称为“新型高效防尘口罩”，过滤材料采用滤纸，使得该口罩存在透气性差，不舒适的缺点；中国实用新型专利公开号ZL03253526.0，公开日期为2004年9月15日，发明名称为“新型防尘口罩”，介绍了一种新型的防尘口罩，但其口罩使用的过滤材料质量大，并且其防尘效果也不理想。

[0004] 纳米纤维具有比表面积大、吸附能力强、吸附容量高等特点。通常纳米纤维的直径为100~1000纳米，长度为厘米级甚至更长，纳米纤维只需经一般的无纺布阻隔，即可防止被吸入人体。故采用纳米纤维制得的口罩对于空气中的污染物具有良好的吸附性。如中国专利公开号CN102920067A，公开日期为2013年2月13日，发明名称为“一种纳米纤维夹心式防护口罩的制备方法”，将二醋酸纤维素切片、聚乳酸切片、聚乙烯醇溶于对应的有机溶液中，采用静电纺丝法制备得到200~600nm的纳米纤维膜，再将所得纳米纤维膜加入无纺布中间制备夹心式防护口罩；中国专利公开号CN104000318A，公开日期为2014年8月27日，发明名称为“一种再生桑皮纳米纤维抗菌保健口罩及其生产方法”，将桑皮纤维溶解于一定试剂中，通过静电纺丝制备具有纳米级桑皮纤维构成的三维无纺毡，再与其他非织造桑皮纤维复合制备纤维抗菌保健口罩。这些方法的缺陷在于，采用静电纺丝法制备纳米纤维膜，不仅设备昂贵，而且效率不高。

[0005] 蚕丝无毒、无污染、无刺激性、可生物降解以及具有良好的生物相容性，对其溶解与再生等研究越来越受到重视，但要得到蚕丝的纳米纤维膜，传统的方式还是采用静电纺丝法，也存在着以上缺点，不利于产业化，虽然也有如中国专利公开号CN101892608A，公开日期为2010年11月24日，发明名称为“一种利用蚕丝下脚料生产杀菌口罩纸的工艺”，将蚕丝先用切料机切断，用纯碱水溶液进行脱胶后，再用打浆机打成直径为微米级的蚕丝纤维浆，加入各种化学添加剂后，送抄纸机生产杀菌口罩纸，虽然这个过程较静电纺丝实用，但它不仅需要添加各种化学添加剂，而且工艺过程复杂。

发明内容

[0006] 为解决现有技术的不足，本发明提供了一种蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法。

- [0007] 一种蚕丝纳米纤维过滤材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:
- [0008] 1) 将由脱胶蚕丝机械破碎至直径为50~150nm、长度为100nm~100μm的蚕丝纳米纤维分散到去离子水中配置成浆料;
- [0009] 2) 将所述浆料喷涂到无纺布上,形成蚕丝纳米纤维与无纺布的复合膜,即得所述蚕丝纳米纤维过滤材料。可用高压喷枪将浆料喷涂到无纺布上。
- [0010] 优选的,所述无纺布选自熔喷、纺粘或针刺无纺布中的任意一种。
- [0011] 优选的,所述复合膜中蚕丝纳米纤维层的厚度为1~30μm。
- [0012] 优选的,所述蚕丝纳米纤维与去离子水的质量比为1:200~1:1000。
- [0013] 其中,步骤1) 中的蚕丝纳米纤维可以采用现有技术提供的方法制备,也可以用本发明所提供的如下的制备方法,其包括如下步骤:
- [0014] a) 取脱胶处理后的蚕丝用去离子水清洗后,在20~30℃下干燥。
- [0015] b) 将经步骤a) 处理后得到的干燥的脱胶蚕丝加入到混合溶液中浸泡0~12h,溶胀蚕丝以减弱蚕丝内纳米原纤间的结合力,其中,所述混合溶液中包括小分子化合物、醇类及去离子水,小分子化合物与去离子水的质量比为0~1:200,醇类与去离子水的质量比为0~1:200,所述混合溶液与所述干燥的脱胶蚕丝的质量比为2000:1~1000:1。小分子化合物的含量可低至0,此时,混合溶液包括醇类和去离子水。醇类的含量也可低至0,此时,混合溶液包括小分子化合物和去离子水。
- [0016] c) 将经步骤b) 处理后得到的脱胶蚕丝的溶液在破碎机中机械破碎2~6h。
- [0017] d) 将经过步骤c) 得到的溶液用离心分离或过滤分离收集产物,再将收集的产物用去离子水清洗后,在20~30℃下干燥,即得直径为50~150nm、长度为100nm~100μm的蚕丝纳米纤维。
- [0018] 优选的,所述的小分子化合物为无机盐、弱酸或弱碱,其中,所述无机盐选自硫酸钙、氯化钙、氯化铵、硫酸铵、乙酸铵或硝酸铵中的任意一种;所述弱酸选自乙酸、丙酸、丁酸、戊酸或草酸中的任意一种;所述弱碱选自氨水、苯胺或六亚甲基四胺中的任意一种。
- [0019] 优选的,所述醇类选自甲醇、乙醇、丙醇或丁醇中的任意一种。
- [0020] 优选的,所述破碎机选自高压细胞破碎机、乳化机、匀浆机或高速搅拌器中的任意一种。
- [0021] 本发明还提供了根据本发明所提供的制备方法制备得到的蚕丝纳米纤维过滤材料。
- [0022] 本发明还提供了所述蚕丝纳米纤维过滤材料的应用,其可应用于口罩、外科口罩、防尘罩或过滤介质中。
- [0023] 在本发明所提供的以上技术方案中,所用蚕丝纳米纤维是通过机械破碎得到,将其分散到水溶液中得到蚕丝纳米纤维浆料,然后通过高压喷枪喷涂到无纺布上就能成膜,操作方便,设备简单。采用高压喷枪将蚕丝纳米纤维浆料喷出,蚕丝纳米纤维浆料会随着所喷的气均匀的覆盖在无纺布上形成均匀的膜,而且膜的厚度可以通过所喷的浆料来调节。所制备的蚕丝纳米纤维的直径只有50~150nm,蚕丝纳米纤维交叉形成网状结构,纤维之间孔隙小,过滤效率高,可以有效的过滤掉150nm以上的颗粒。将蚕丝纳米纤维喷在无纺布上,无纺布不仅为蚕丝纳米纤维提供了支撑,也避免了单独使用蚕丝纳米纤维带来的机械强度低的缺点,还节约了蚕丝纳米纤维用量,降低了成本,同时所用的蚕丝纳米纤维可生物降

解、环保。

具体实施方式

[0024] 以下对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0025] 实施例1

[0026] 以本发明所提供的方法制备蚕丝纳米纤维

[0027] a) 取脱胶处理后的蚕丝用去离子水清洗后,在25℃下干燥(在其他的实施例中,可以选择20℃或30℃)。

[0028] b) 将经步骤a)处理后得到的干燥的脱胶蚕丝加入到混合溶液中浸泡6h(在其他的实施例中,可以浸泡0h或12h),溶胀蚕丝以减弱蚕丝内纳米原纤间的结合力。

[0029] 其中,所述混合溶液包括以下质量份数的各个组份:小分子化合物1份,醇类1份,去离子水200份。在其他的实施例中小分子化合物可以为0份或者0.5份,醇类可以为0份或者0.5份。

[0030] 所述混合溶液与所述干燥的脱胶蚕丝的质量比为1500:1。在其他的实施例中混合溶液与所述干燥的脱胶蚕丝的质量比可以为2000:1或1000:1。

[0031] c) 将经步骤b)处理后得到的脱胶蚕丝的溶液在破碎机中机械破碎4h(在其他的实施例中,可以机械破碎2h或6h)。

[0032] d) 将经过步骤c)得到的溶液用离心分离或过滤分离收集产物,再将收集的产物用去离子水清洗后,在25℃下干燥,在其他的实施例中,可以选择20℃或30℃。所述的小分子化合物可以是无机盐、弱酸或弱碱。

[0033] 所述无机盐为硫酸钙。

[0034] 在其他的实施例中,可以选择氯化钙、氯化铵、硫酸铵、乙酸铵或硝酸铵中的任意一种。或者,可以选择丙酸、丁酸、戊酸或草酸中的任意一种。又或者,可以选择苯胺或六亚甲基四胺中的任意一种。

[0035] 所述醇类为甲醇。在其他的实施例中,可以选择乙醇、丙醇或丁醇中的任意一种。

[0036] 所述破碎机为高压细胞破碎机。在其他的实施例中,可以选择乳化机、匀浆机或高速搅拌器中的任意一种。

[0037] 根据不同工艺条件的选择及试剂等得选择,可以制备得到蚕丝纳米纤维。总体上,蚕丝纳米纤维的直径为50~150nm、长度为100nm~100μm。

[0038] 蚕丝纳米纤维过滤材料的制备

[0039] 实施例2

[0040] a取1g破碎后蚕丝纳米纤维,分散到1000g去离子水中制成蚕丝纳米纤维浆料;

[0041] b将a步骤配置得到的蚕丝纳米纤维浆料用高压喷枪喷涂1μm厚蚕丝纳米纤维到熔喷无纺布上,制得蚕丝纳米纤维与熔喷无纺布的复合膜,即得口罩、外科口罩、防尘罩或过滤介质用蚕丝纳米纤维过滤材料。

[0042] 实施例3

[0043] a取1g破碎后蚕丝纳米纤维,分散到500g去离子水中制成蚕丝纳米纤维浆料;

[0044] b将a步骤配置得到的蚕丝纳米纤维浆料用高压喷枪喷涂10μm厚蚕丝纳米纤维到

纺粘无纺布上,制得蚕丝纳米纤维与纺粘无纺布的复合膜,即得口罩、外科口罩、防尘罩或过滤介质用蚕丝纳米纤维过滤材料。

[0045] 实施例4

[0046] a取1g破碎后蚕丝纳米纤维,分散到200g去离子水中制成蚕丝纳米纤维浆料;

[0047] b将a步骤配置得到的蚕丝纳米纤维浆料用高压喷枪喷涂30μm厚蚕丝纳米纤维到针刺无纺布上,制得蚕丝纳米纤维与针刺无纺布的复合膜,即得口罩、外科口罩、防尘罩或过滤介质用蚕丝纳米纤维过滤材料。

[0048] 以上所述仅为本发明的较佳实施方式,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。