(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 104761663 A
(43)申请公布日 2015.07.08

(21)申请号 201410746326.9

(22)申请日 2014.12.09

(71)申请人 西达(无锡)生物科技有限公司
地址 214000 江苏省无锡市锡山经济开发区高新技术产业园胶阳路以南、东盛二路以西(东区)

(72)发明人 田培善 林源杰 吕福菊

(74)专利代理机构 无锡市朗高知识产权代理有限公司 32262
代理人 杨虹

(51)Int.Cl.
C08F 8/06(2006.01)
D06M 15/333(2006.01)
D06M 15/11(2006.01)
C08J 11/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种回收改性PVA胶体及其制备和应用方法

(57)摘要

本发明涉及化学领域，公开了一种回收改性PVA胶体及其制备和应用方法，通过对回收PVA膜进行粉碎处理，然后采用氢氧化钠、双氧水、氯化亚铁等化学试剂对回收PVA膜进行改性处理，将改性处理后的PVA胶体与羧甲基淀粉进行搅拌混合、造粒、烘干、出料、冷却并粉碎处理得到可用浆纱的回收PVA与羧甲基淀粉的复合颗粒。本发明一种PVA膜的回收利用方法，通过改性后的PVA容易生物降解，减少对环境的压力同时也能降低上浆成本。

CN 104761663 A

1. 一种回收 PVA 胶体的改性制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

（1）将回收的 PVA 膜进行粉碎处理；

（2）向 2000L 的反应釜中加入粉碎处理的 200kgPVA 膜颗粒，然后在向反应釜中加入 700kg 的水；

（3）搅拌反应釜中的混合溶液，在搅拌的同时加入 10-20kg 的氢氧化钠和质量浓度为 50% 的双氧水；

（4）加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 50-60℃时，滴加 10-15kg 质量浓度为 9% 氯化亚铁溶液；

（5）加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 60-70℃，保温 4 小时，然后再加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 90-100℃，保温 30 分钟；

（6）自然冷却反应釜温度至不大于 40℃时，滴加质量浓度为 30% 的稀硫酸直至反应釜中溶液的 PH 值为 6-8，制得回收 PVA 胶体。

2. 根据权利要求 1 所述的改性制备方法，其特征在于，步骤（1）中所诉的粉碎处理采用单轴撕碎机粉碎，所述单轴撕碎机的主轴转速为 70-80 RPM/ 分。

3. 根据权利要求 1 所述的改性制备方法，其特征在于，步骤（1）中所诉的粉碎处理的颗粒直径不大于 40mm。

4. 根据权利要求 1 所述的改性制备方法，其特征在于，步骤（4）中所诉的滴加氯化亚铁溶液，在 25-30 分钟内滴加完成。

5. 一种回收改性 PVA 胶体，其特征在于，通过权利要求 1-4 任一项所述的方法制备，外观淡黄色粘稠液体，含固量 23%-24%，粘度 10-20 mPa.S。

6. 一种回收 PVA 胶体的应用方法，其特征在于，包括如下步骤：

（a）将 50-55kg 的权利要求 5 项所述的回收改性 PVA 胶体与 110-126kg 的淀粉搅拌混合；

（b）将步骤（a）所述的搅拌混合物进行造粒处理；

（c）将造粒处理后的颗粒进行干燥处理；

（d）将干燥处理后的颗粒，出料、冷却并粉碎。

7. 根据权利要求 6 所述的应用方法，其特征在于，步骤（a）所述的搅拌混合，时间为 5-10 分钟，步骤（b）所述的造粒处理，时间为 20-50 分钟，步骤（c）所述的干燥处理，温度为 80-95℃，步骤（d）所述的出料，温度为 80-82℃。

8. 根据权利要求 6 所述的应用方法，其特征在于，步骤（a）所述的淀粉为羧甲基淀粉。

一种回收改性PVA胶体及其制备和应用方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化学领域，具体为一种回收改性PVA胶体及其制备和应用方法。

背景技术

[0002] 纺织工业存在的污染主要是有湿加工整理排放的污水造成的。这些湿加工整理包括织物的退浆、煮练、漂白、印花及后整理等。其中退浆造成的污染超过50%，其根源就就是浆纱过程中所用的浆料。纺织上浆的主体浆料是变性淀粉、聚乙烯醇(PVA)和聚丙烯酸类浆料。含有PVA废水的BOD5/COD比值为0.02-0.05，在水体中很难生物降解，对水环境造成了很大压力。因此出口到欧盟的服装常常要求使用可循环使用的PVA膜材料，并由服装供应商负责收回使用，因此如何提高回收PVA膜材料并实现循环使用是本行业的一大技术难题。

发明内容

[0003] 鉴于以上所述现有技术的缺点，本发明对回收的PVA膜进行改性处理，然后再与淀粉复合烘干，做成含PVA的复合颗粒材料，作为纺织上浆的纤维粘合剂，从而实现了PVA膜的循环使用，并节省了上浆成本。

[0004] 回收PVA膜的改性制备方法，包括如下步骤：

(1)将回收的PVA膜进行粉碎处理；

(2)向2000L的反应釜中加入粉碎处理的200kgPVA膜，然后在向反应釜中加入700kg的水；

(3)搅拌反应釜中的混合溶液，在搅拌的同时加入10-20kg的氢氧化钠和质量浓度为50%的双氧水；

(4)加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为50-60℃时，滴加10-15kg质量浓度为9%氯化亚铁溶液；

(5)加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为60-70℃，保温4小时，然后再加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为90-100℃，保温30分钟；

(6)自然冷却反应釜温度至不大于40℃时，滴加质量浓度为30%的稀硫酸直至反应釜中溶液的PH值为6-8，制得回收改性PVA胶体。

[0005] 优选的，步骤(1)中所诉的粉碎处理采用单轴撕碎机粉碎，所述单轴撕碎机的主轴转速为70-80 转/分。

[0006] 优选的，步骤(1)中所诉的粉碎处理的颗粒直径不大于40mm。

[0007] 优选的，步骤(4)中所诉的滴加氯化亚铁溶液，在25-30分钟内滴加完成。

[0008] 通过上述方法制备的回收改性PVA胶体，外观淡黄色粘稠液体，含固量23%-24%，粘度10-20 mPa.S。

[0009] 通过上述方法制备的回收改性PVA胶体的应用方法，包括如下步骤：

(a)将50-55kg的权利要求5项所述的回收改性PVA胶体与110-126kg的淀粉搅拌混

合；

（b）将步骤（a）所述的搅拌混合物进行造粒处理；

（c）将造粒处理后的颗粒进行干燥处理；

（d）将干燥处理后的颗粒，出料、冷却并粉碎。

[0010] 优选的，步骤（a）所述的搅拌混合，时间为 5-10 分钟，步骤（b）所述的造粒处理，时间为 20-50 分钟，步骤（c）所述的干燥处理，温度为 80-95℃，步骤（d）所述的出料，温度为 80-82℃。

[0011] 优选的，步骤（a）所述的淀粉为羧甲基淀粉。

[0012] 本发明提供了一种回收改性 PVA 胶体及其制备和应用方法，在回收 PVA 膜改性处理过程中使用了双氧水、氯化亚铁、氢氧化钠等化学试剂，双氧水在亚铁离子的催化作用下能够将 PVA 上的羟基氧化成羰基。

[0013] 为了保持 PVA 的本身特性，双氧水用量的确定以氧化 PVA 的分子量为依据，从而严格控制其氧化程度，让 PVA 分子链断裂程度适中，使聚合度控制在 1400-1700 之间。

[0014] 在改性反应过程中通过显色法定时检测反应过程中 PVA 的羟基含量，从而确定了氧化所需要的时间及反应程度。

[0015] 由于 H_2O_2 的分解温度为 80℃，因此反应温度不能太高，所以在步骤（5）中选择的反应温度为 60-70℃。

具体实施方式

[0016] 实施例 1

回收 PVA 膜的改性制备，包括如下步骤：

（1）将回收的 PVA 膜用单轴撕碎机粉碎，单轴撕碎机的主轴转速为 70-80 转 / 分，粉碎后的粉末用直径为 40mm 的过滤筛进行过滤处理；

（2）向 2000L 的反应釜中加入粉碎处理的 200kgPVA 膜，然后在向反应釜中加入 700kg 的水；

（3）搅拌反应釜中的混合溶液，在搅拌的同时加入 10-20kg 的氢氧化钠和质量浓度为 50% 的双氧水；

（4）加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 50-60℃时，在 25-30 分钟内滴加完 10-15kg 质量浓度为 9% 氯化亚铁溶液；

（5）加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 60-70℃，保温 4 小时，然后再加热反应釜至反应釜内混合溶液温度为 90-100℃，保温 30 分钟；

（6）自然冷却反应釜温度至不大于 40℃时，滴加质量浓度为 30% 的稀硫酸直至反应釜中溶液的 PH 值为 6-8，制得回收 PVA 胶体。

[0017] 改性处理后的回收 PVA 溶液，外观淡黄色粘稠液体，含固量 23%-24%，粘度 10-20 mPa.S。

[0018] 回收 PVA 胶体的应用方法，包括如下步骤：

（a）将 50-55kg 的回收改性 PVA 胶体与 110-126kg 的羧甲基淀粉搅拌混合，搅拌 5-10 分钟；

（b）将步骤（a）所述的搅拌混合物进行造粒处理，造粒时间为 20-50 分钟；

（c）将造粒处理后的颗粒，在 80-95℃进行干燥处理；

（d）将干燥处理后的颗粒，出料、冷却并粉碎。

[0019] 本发明回收改性制备 PVA 胶体的生物降解性能的测试。

[0020] 取本发明回收改性制备 PVA 胶体样品，市场上购置的 PVA-1799（颗粒）、PVA-0588（颗粒），分别用蒸馏水配制成 1 g/L 的试验水样，进行对比试验，分别检测三种溶液的 BOD5 和 COD。

试验水样（1.0g/L）	BOD5	COD	BOD5/BOD
回收改性制备 PVA 胶体	88	1298	0.068
PVA-1799	29	1318	0.022
PVA-0588	43	1264	0.034

[0021] 结果表明回收改性 PVA 胶体的 BOD5/BOD 比值提高了一倍以上。

[0022] 浆纱试验

试验品种：

涤棉纱线在整浆联合试验机上试验 T65/C35 45 支、总经 320 根（8 层）。前筘幅 20 CM 试验覆盖系数 40% 相当于双浆槽做经密。常用调浆，浆纱机速度 20 米 /min。单浆槽，双浸双压。浆纱烘干温度 100-105℃。

[0023] 试验浆纱配方如下

方案	PVA-1799	氧化淀粉	浆纱蜡片	回收改性 PVA 与羧甲基淀粉的复合颗粒	设定含固量
A	20	47	1.5		13%
B			1.5	67	13%

浆纱质量指标如下：

项目	回潮率	强力（CN）	伸长	耐磨次数	退浆率	毛羽数（3mm）
方案 A	2.62%	378.4	8.80%	45.3	13.46%	1862.0
方案 B	2.61%	381.2	8.94%	46.8	13.21%	1639.5

方案 B 的浆纱质量全面优于方案 A 的指标。

[0024] 挥发份、粘度稳定性的检测方法参照纺织常用变性淀粉浆料质量行业标准（2000 版，试行）。

[0025] 粘度检测采用 NDJ-79 型旋转式粘度计检测粘度，参照 GB12098-89 的方法进行。