



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107881645 A

(43)申请公布日 2018.04.06

(21)申请号 201610877627.4

(22)申请日 2016.09.29

(71)申请人 南京林业大学

地址 210037 江苏省南京市玄武区龙蟠路  
159号南京林业大学化学工程学院

(72)发明人 黄超伯 朱苗苗 杨士磊

(51)Int.Cl.

D04H 1/4382(2012.01)

D04H 1/728(2012.01)

D01F 8/06(2006.01)

D01F 8/10(2006.01)

D01D 5/00(2006.01)

B01D 71/38(2006.01)

B01D 67/00(2006.01)

B01D 46/54(2006.01)

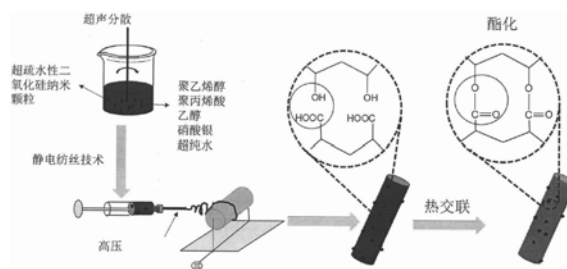
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54)发明名称

“绿色”静电纺丝法制备的高效空气过滤纤维膜

(57)摘要

本发明公开了用绿色静电纺丝技术结合热交联及紫外还原技术制备的高效空气过滤纤维膜。本发明选用水溶性的生物可相容高分子材料(聚乙烯醇、聚丙烯酸)加载超疏水性二氧化硅纳米颗粒,并通过热交联得到环保的、不含有机溶剂非水溶性的高效空气过滤纤维膜。该纤维膜不仅对PM2.5甚至是300-500nm的细小颗粒都有极高的过滤效率。此外,该纤维膜的制备过程避免了有机溶剂的使用,解决有机溶剂残留对人体造成的二次伤害问题。大大提高了高效空气过滤纤维膜在实际应用中的使用价值。



1. 基于绿色静电纺丝技术制备的环保非水溶性的高效空气过滤纤维膜。

2. 根据权利要求1所述的环保非水溶性高效空气过滤纤维膜的应用, 其特征在于: 水溶性高分子材料为原料制备的非水溶性纤维膜, 避免了有机溶剂残留问题, 并且添加超疏水性二氧化硅纳米颗粒提高纤维粗糙度增强纤维膜对细小颗粒的过滤。

3. 一种制备权利要求1所述的静电纺丝纤维的方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

1) 制备聚乙烯醇-聚丙烯酸静电纺丝纤维膜; 将聚乙烯醇溶液和聚丙烯酸溶液(超纯水为溶剂)按不同摩尔比进行混合均匀, 随后将其电纺成纤维, 使用注射泵将2mL的混合溶液以1mL/h的速度进行电纺, 外加电压是17kV, 随后进行热交联;

2) 纤维膜粗糙度的修饰; 将超疏水性二氧化硅用乙醇润水, 加入超纯水分散, 将分散液添加到聚乙烯醇-聚丙烯酸电纺液中并进行超声分散、搅拌6小时混合均匀, 随后将其点方纤维膜, 使用注射泵将2mL的混合溶液以1mL/h的速度进行电纺, 外加电压是17kV, 随后进行热交联;

4. 根据权利要求3所述的制备磁性静电纺丝纤维的方法, 其特征在于: 步骤1) 中, 所述的静电纺丝装置包括高压电源、注射器、平头电极针、接地收集器, 所述的接受装置为接地旋转收集器。

5. 基于绿色(不含有机溶剂)静电纺丝法制备的抗菌性高效空气过滤纤维膜的应用; 可以用于个人防护口罩和和人防护服; 用于空调滤膜或清风系统。

## “绿色”静电纺丝法制备的高效空气过滤纤维膜

### 技术领域

[0001] 本发明涉及空气过滤领域,具体涉及一种环保非水溶性的高效空气过滤纤维膜。

### 背景技术

[0002] 当今,随着世界各国经济的发展,总体上工业污染日益严重,也使得室内的空气质量下降,已经严重地影响到人们的健康和生存。影响室内空气品质的主要来源有可吸入性颗粒物(如粉尘颗粒、烟雾、花粉)、有害气体(有极易挥发性气体)以及生物气溶胶(如细菌、病毒、霉、孢子等)等等。提高室内空气品质的一个行之有效的方法是对空气进行过滤。

[0003] 随着现代工业的发展,人们对生活质量的改善和环境净化的要求十分迫切。对过滤材料的要求越来越高。空气过滤就是分离、捕集分散于空气中的微粒的一种操作。纤维过滤器由大量的纤维构成,传统的纤维过滤材料孔径一般在十至几十微米之间。传统纤维过滤材料(如玻璃纤维等)虽然已经较为成熟,但其在过滤精度上已远远不能满足人们的要求。

[0004] 近年来,静电纺纳米纤维以其极大的比表面积和孔隙率、极高的过滤精度等优势而得到过滤材料研究者的青睐。利用静电纺丝方法可以得到直径为几十或几百纳米的纳米级纤维,很适合用作过滤材料。把静电纺纳米纤维产品应用到空气过滤技术中,将为制造高精度的空气过滤材料提供一种新的途径。但现在大多数静电纺丝高效空气过滤膜的制备过程中都含有有机溶剂,有机溶剂的残留会对人体及环境造成极大伤害。

### 发明内容

[0005] 发明目的:为了克服传统过滤材料过滤精度不高及有机溶剂残留的问题,本发明的目的是将超疏水性二氧化硅纳米颗粒加载在水溶性原料制备的纳米纤维膜中,最终通过加热交联(避免有毒交联剂的使用)得到非水溶性的环保高效空气过滤纤维膜。

[0006] 技术方案:为了实现上述发明目的,本发明采用的技术方案为:

通过静电纺丝过程来制备高效空气过滤纤维膜,可实现对尺寸在300-500nm的细小颗粒的高效过滤。

[0007] 所述的应用:静电纺丝过程中的易用性和灵活性等优点允许聚合物纤维的制备可以通水溶液的聚合物溶液,因此静电纺丝纤维的物理尺寸具有高度的可控性。静电纺丝纤维网具有较高的比表面积和发达的孔隙率,这有益于对颗粒物的过滤。而且,静电纺丝纤维可以封装大量的疏水性二氧化硅纳米颗粒以提高粗糙度,提高静电纺丝纤维膜的过滤效果。

[0008] 一种环保非水溶性的高效空气过滤纤维膜的制备方法,包括以下步骤:

1) 将聚乙烯醇(PVA)在80℃条件下,搅拌溶解于超纯水3小时,中制备得到10wt%的聚乙烯醇溶液。待聚乙烯醇溶液冷却,与聚丙烯酸溶液以不同摩尔比混合。将混合液采用静电纺丝装置制备得聚乙烯醇-聚丙烯酸纤维膜;通常情况下,我们使用注射泵将混合溶液以1mL/h的速度进行电纺。外加电压是17kV,纺出的纤维用接地旋转收集器进行收集;

2) 将不同摩尔比混合液得到的纤维膜进行耐水性实验;

3) 将质量分数分别为2/4/6/8wt%的超疏水性二氧化硅用1克乙醇震荡润湿,并分散在2克超纯水中。将其添加到聚乙烯醇-聚丙烯酸混合液中,超声分散二氧化硅,并搅拌得到均匀的混合液。使用注射泵将混合溶液以1mL/h的速度进行电纺。外加电压是17kV,纺出的纤维用接地旋转收集器进行收集,得到纤维膜;

[0009] 将得到的不同克重的纤维膜进行过滤效率及过滤阻力的测定。

[0010] 步骤1)及步骤3)中,所述的装置有高压电源、注射器、平头电极针、接地收集器。

## 附图说明

[0011] 图1是制备工艺流程的示意图。

[0012] 图2是聚乙烯醇、聚丙烯酸、聚乙烯醇和聚丙烯酸混纺(未交联以及交联)的纤维膜的红外图。波长在 $3500\text{cm}^{-1}$ 表示羟基峰,羟基峰的减少证明纤维膜的交联成功。

[0013] 图3是含不同质量分数(0wt%/2wt%/4wt%/6wt%/8wt%)的超疏水性二氧化硅的纤维膜的热重图。图中表明随着二氧化硅质量分数的增加,纤维膜的耐热性能提高。

[0014] 图4是交联纤维膜与未交联纤维耐水性的示意图。图中表明,热交联处理过的纤维膜在 $90^{\circ}\text{C}$ 的温度下浸泡(10S)之后并未溶解。而未交联的纤维膜在 $90^{\circ}\text{C}$ 的热水下处理10S已经全部被溶解。

[0015] 图5是(a)含不同二氧化硅纤维膜在风速 $32\text{L}/\text{min}$ 时对300-500纳米NaCl颗粒的过滤性能图,(b)是不同纤维膜的品质因子图,(c)是二氧化硅质量分数为4wt%时,在风速 $32\text{L}/\text{min}$ 时,不同克重下对300-500纳米NaCl颗粒的过滤效率,(d)是二氧化硅质量分数为4wt%时,在风速 $85\text{L}/\text{min}$ 时,不同克重下对300-500纳米NaCl颗粒的过滤效率。

## 具体实施方式

[0016] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明。

[0017] 以下实施例中所使用的主要药品为:超纯水(自制),无水乙醇,超疏水性二氧化硅(7-40nm),聚丙烯酸(固含量50%,平均分子量 $\sim 50000$ ),聚乙烯醇(型号124,国药)。

[0018] 实施例1

### 1) 制备聚乙烯醇-聚丙烯酸复合纤维膜

将聚乙烯醇溶解在超纯水中,在 $80^{\circ}\text{C}$ 下磁力搅拌溶解致透明均匀液体。将不同摩尔比的聚丙烯酸和聚乙烯醇混合磁力搅拌4小时,充分混匀。随后将此电纺液电纺成纤维膜。使用的装置有高压电源、注射器、平头电极针、接地收集器。注射泵将混合溶液以1mL/h的速度进行电纺。外加电压是17kV,纺出的纤维用接地旋转收集器进行收集。

[0019] 将得到的纤维膜,将纤维膜称重记为 $m_1$ ,将纤维膜在90摄氏度的热水中水煮3小时,取出烘箱干燥称重记为 $m_2$ ,计算失重率,筛选出最佳配比,其中失重率计算公式为: $W = (m_1 - m_2) / m_1 \times 100\%$ ,数据表明聚乙烯醇与聚丙烯酸在摩尔比为1:1时耐水性能最好,得到的数据如下表;

	摩尔 比	M1	M2	失重 率
聚乙烯醇	1:0	0.0896	0	100
	20:1	0.1824	0.1524	16.45
	10:1	0.1574	0.0972	38.25
聚乙烯醇: 聚丙烯酸	1:1	0.2507	0.2133	14.92
	1:3.5	0.1444	0.1067	26.11
	1:10	0.2025	0.1666	17.75
聚丙烯酸	0:1	0.0725	0	100

[0020] 2) 制备聚乙烯醇-聚丙烯酸-二氧化硅纳米纤维膜。

将聚乙烯醇溶解在超纯水中,在80℃下磁力搅拌溶解致透明均匀液体。将不同摩尔比的聚丙烯酸和聚乙烯醇混合磁力搅拌4小时,充分混匀。将不同质量分数的SiO<sub>2</sub>纳米颗粒在乙醇(1g)震荡1分钟,中充分润湿,添加1.5g超纯水分散充分然后再震荡1分钟,将4g聚乙烯醇和聚丙烯酸混合液(摩尔比=1:1)添加到配好的二氧化硅分散液中。然后将分散系统放置在超声波中振荡2小时,磁力搅拌4小时。随后将此电纺液电纺成纤维膜。使用的装置有高压电源、注射器、平头电极针、接地收集器。注射泵将混合溶液以1mL/h的速度进行电纺。外加电压是17kV,纺出的纤维用接地旋转收集器进行收集。

[0021] 3) 测试聚乙烯醇-聚丙烯酸-二氧化硅纤维膜的过滤性能。

使用LZC-K1型滤料综合性能测试台(苏州华达仪器有限公司)检测所得到的纤维膜对颗粒污染物(300-500nm)的过滤性能,其中包括纤维膜的过滤效率、压力降、透气度。并根据公式计算出纤维膜的品质因子 $QF = -(\ln(1-\eta) / \Delta P)$ (综合压力降和过滤效率而得出的过滤性能)。

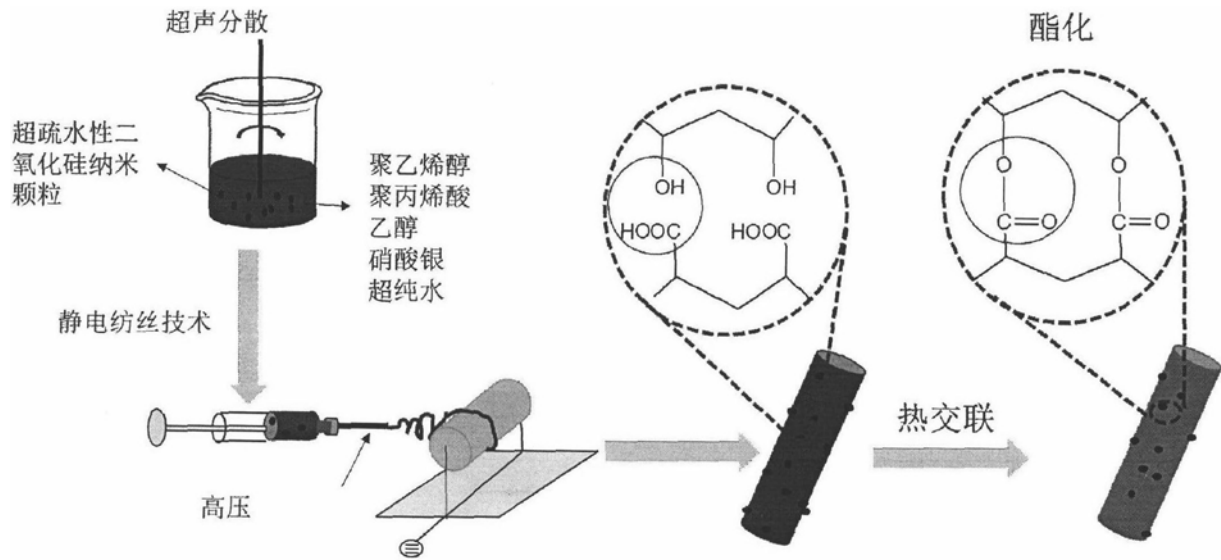


图1

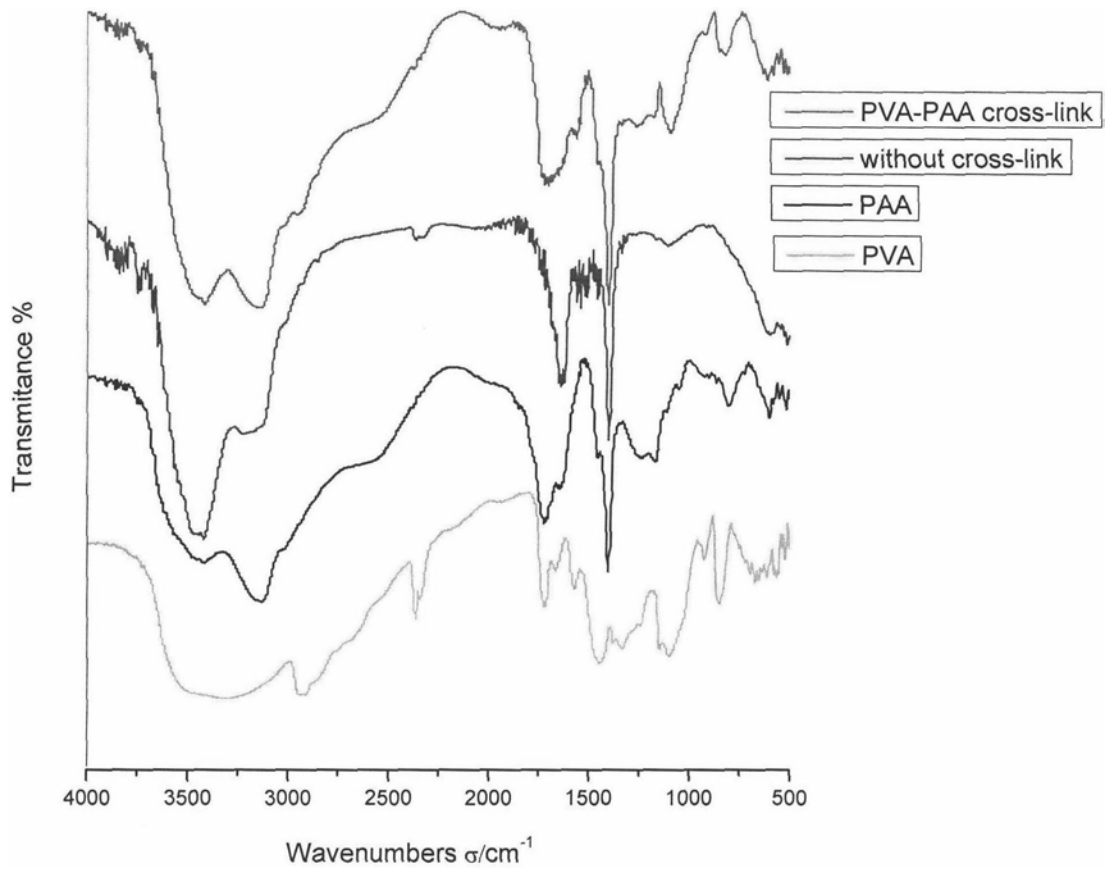


图2

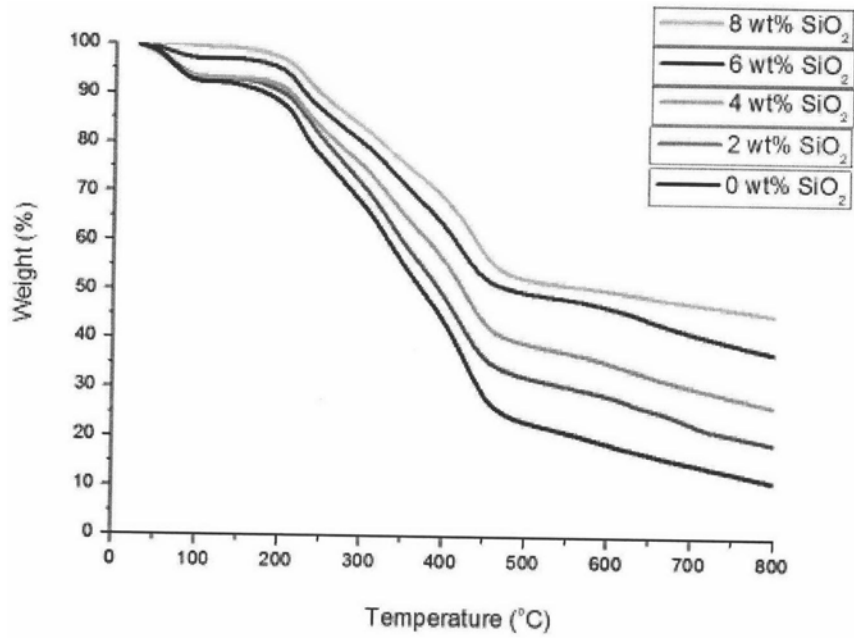


图3

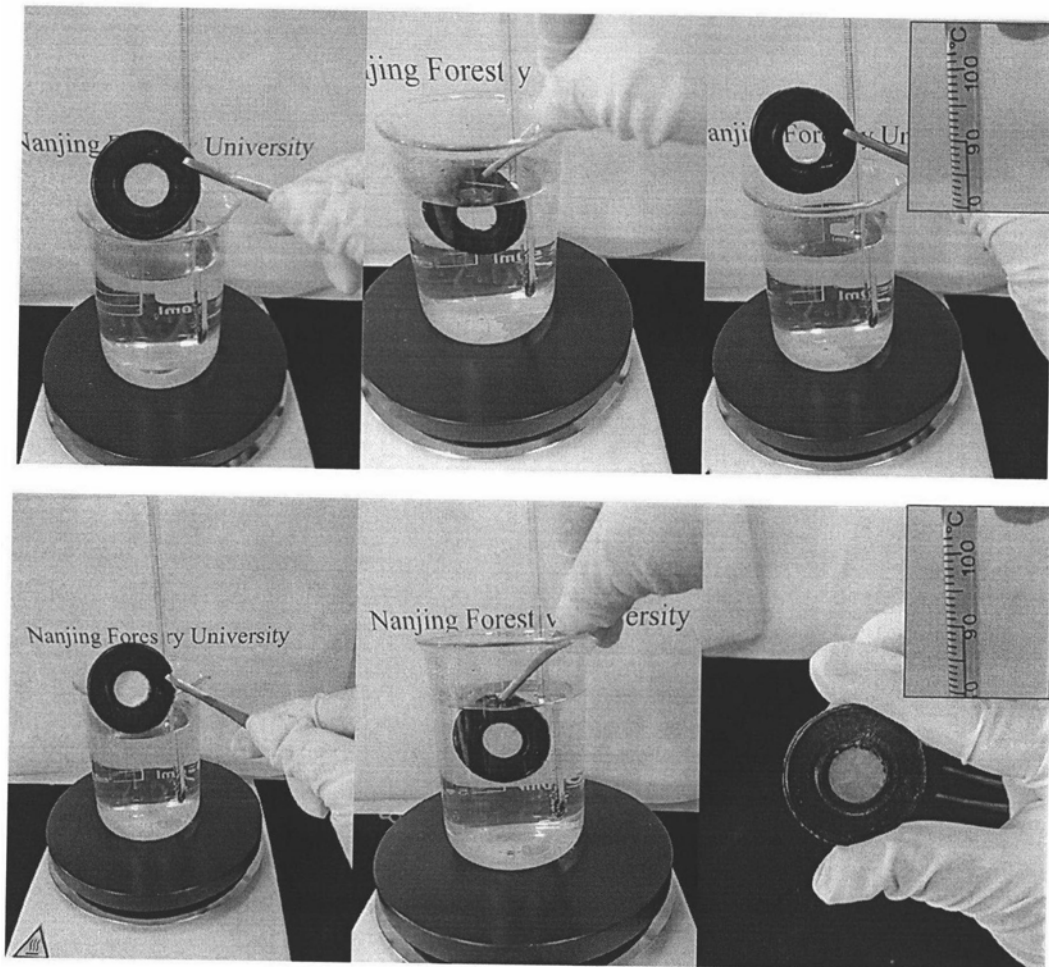


图4

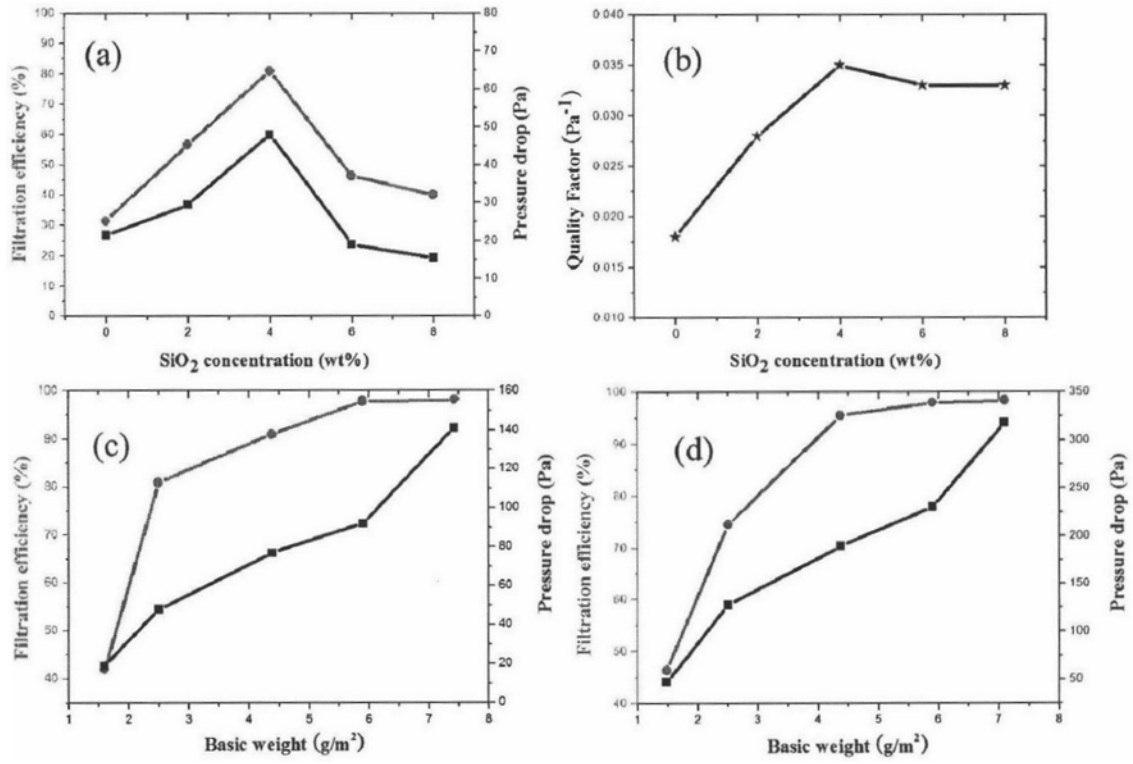


图5