



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105418949 A

(43) 申请公布日 2016. 03. 23

(21) 申请号 201610015692. 6

(22) 申请日 2016. 01. 11

(71) 申请人 云南云天化股份有限公司

地址 650228 云南省昆明市滇池路 1417 号

(72) 发明人 李承龙 吕新坤 谢凯玲 谭海军  
胡明源

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 赵青朵

(51) Int. Cl.

C08J 5/18(2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种聚乙烯醇薄膜的制备方法

(57) 摘要

本发明属于聚乙烯醇薄膜领域,尤其涉及一种聚乙烯醇薄膜的制备方法。本发明提供的制备方法包括以下步骤:a)、聚乙烯醇和水在 100 ~ 160°C 下混合塑化,得到固含量为 20 ~ 50wt% 的聚乙烯醇溶液;所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸汽压;b)、所述聚乙烯醇溶液依次经过过滤和脱泡后,涂布成膜,得到聚乙烯醇薄膜。所述过滤的温度为 100 ~ 160°C,所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压。本发明通过提高聚乙烯醇和水在混合塑化工序和过滤工序中的压力和温度,从而提高了聚乙烯醇在水中的溶解度,降低了聚乙烯醇溶液的黏度,进而解决了高浓度聚乙烯醇溶液塑化困难和过滤困难的问题。

1. 一种聚乙烯醇薄膜的制备方法,包括以下步骤:

a)、聚乙烯醇和水在 100 ~ 160℃下混合塑化,得到固含量为 20 ~ 50wt%的聚乙烯醇溶液;

所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸汽压;

b)、所述聚乙烯醇溶液依次经过过滤、脱泡、涂布和干燥,得到聚乙烯醇薄膜;

所述过滤的温度为 100 ~ 160℃,所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述脱泡的温度为 100 ~ 160℃,所述脱泡的压力大于等于水在所述脱泡温度下的饱和蒸汽压。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述混合塑化的压力大于等于 0.1MPa。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述过滤的压力大于等于 0.1MPa。

5. 根据权利要求 2 所述的制备方法,其特征在于,所述脱泡的压力大于等于 0.1MPa。

6. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述聚乙烯醇的聚合度 $\leq 10000$ 。

7. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述聚乙烯醇的醇解度 $\geq 80\%$ 。

8. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述过滤使用的设备为过滤器,所述过滤器的滤网滤径 $\leq 2\mu\text{m}$ 。

## 一种聚乙烯醇薄膜的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于聚乙烯醇薄膜领域,尤其涉及一种聚乙烯醇薄膜的制备方法。

### 背景技术

[0002] 近年来,随着人民生活水平的提高和科技水平的发展,薄膜材料已经成为产品生产和出售中不可或缺的组成部分。聚乙烯醇(PVA)薄膜材料作为塑料包装材料的一种,因其具有卓越的气体阻隔性、耐油耐溶剂性,以及优异的力学性能和良好的可降解性广泛应用于包装、水转印、纺织刺绣、液晶显示等多个技术领域。

[0003] 聚乙烯醇薄膜通常采用湿法工艺进行制备,其具体工艺过程为:将聚乙烯醇树脂在溶剂中塑化,得到固含量小于20wt%的聚乙烯醇溶液;之后所述聚乙烯醇溶液依次经过滤、脱泡、涂布和干燥,得到聚乙烯醇薄膜。由于聚乙烯醇溶液固含量过低,导致聚乙烯醇溶液在干燥脱水时的负荷较大,影响其生产效率,但提高聚乙烯醇溶液的固含量会增加聚乙烯醇在溶剂中的塑化难度,且提高聚乙烯醇溶液的固含量后其粘度也会上升明显,给聚乙烯醇溶液的过滤造成生极大的阻碍。

### 发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种聚乙烯醇薄膜的制备方法,采用本发明提供的方法可以解决高浓度聚乙烯醇溶液存在的塑化困难和过滤困难的问题。

[0005] 本发明提供了一种聚乙烯醇薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0006] a)、聚乙烯醇和水在100~160℃下混合塑化,得到固含量为20~50wt%的聚乙烯醇溶液;

[0007] 所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸汽压;

[0008] b)、所述聚乙烯醇溶液依次经过过滤、脱泡、涂布和干燥,得到聚乙烯醇薄膜。

[0009] 所述过滤的温度为100~160℃,所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压。

[0010] 优选的,所述脱泡的温度为100~160℃,所述脱泡的压力大于等于水在所述脱泡温度下的饱和蒸汽压。

[0011] 优选的,所述混合塑化的压力大于等于0.1MPa。

[0012] 优选的,所述过滤的压力大于等于0.1MPa。

[0013] 优选的,所述脱泡的压力大于等于0.1MPa。

[0014] 优选的,所述聚乙烯醇的聚合度 $\leq 10000$ 。

[0015] 优选的,所述聚乙烯醇的醇解度 $\geq 80\%$ 。

[0016] 优选的,所述过滤使用的设备为过滤器,所述过滤器的滤网滤径 $\leq 2\mu\text{m}$ 。

[0017] 与现有技术相比,本发明提供了一种聚乙烯醇薄膜的制备方法。本发明提供的制备方法包括以下步骤:a)、聚乙烯醇和水在100~160℃下混合塑化,得到固含量为20~50wt%的聚乙烯醇溶液;所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸

汽压 ;b)、所述聚乙烯醇溶液依次经过过滤和脱泡后,涂布成膜,得到聚乙烯醇薄膜。所述过滤的温度为 100 ~ 160℃,所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压。本发明通过提高聚乙烯醇和水在混合塑化工序和过滤工序中的压力和温度,从而提高了聚乙烯醇在水中的溶解度,降低了聚乙烯醇溶液的黏度,进而解决了高浓度聚乙烯醇溶液塑化困难和过滤困难的问题。实验结果表明,采用本发明提供的方法能够将固含量 20 ~ 50wt% 的聚乙烯醇溶液制备成聚乙烯醇薄膜。

### 具体实施方式

[0018] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0019] 本发明提供了一种聚乙烯醇薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0020] a)、聚乙烯醇和水在 100 ~ 160℃ 下混合塑化,得到固含量为 20 ~ 50wt% 的聚乙烯醇溶液;

[0021] 所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸汽压;

[0022] b)、所述聚乙烯醇溶液依次经过过滤、脱泡、涂布和干燥,得到聚乙烯醇薄膜。

[0023] 所述过滤的温度为 100 ~ 160℃,所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压。

[0024] 在本发明提供的方法中,首先将聚乙烯醇和水混合塑化。本发明对所采用的聚乙烯醇没有特别限定,在本发明提供的一个实施例中,所述聚乙烯醇的聚合度 $\leq 10000$ ;在本发明提供的另一个实施例中,所述聚乙烯醇的聚合度为 1700 ~ 10000。在本发明提供的一个实施例中,所述聚乙烯醇的醇解度 $\geq 80\%$ ;在本发明提供的另一个实施例中,所述聚乙烯醇的醇解度为 98% -99.99%。在本发明中,所述聚乙烯醇和水在助剂存在下混合塑化,所述助剂优选为丙三醇;所述助剂和聚乙烯醇的质量比优选为 (0.5 ~ 0.2) :1。在本发明中,所述聚乙烯醇和水混合塑化的温度为 100 ~ 160℃,优选为 120 ~ 140℃;所述混合塑化的压力大于等于水在所述混合塑化温度下的饱和蒸汽压,优选为大于等于 0.1MPa。本发明对所述混合塑化的设备没有特别限定,优选为本领域技术人员熟知的高压搅拌釜和 / 或双螺杆挤出机。在本发明提供的一个实施例中,所述聚乙烯醇和水在高压搅拌釜中混合塑化,所述混合塑化的时间优选大于等于 1h,更优选为 1 ~ 2h。在本发明提供的一个实施例中,所述聚乙烯醇和水在双螺杆挤出机中混合塑化,所述聚乙烯醇和水在双螺杆挤出机中的停留时间优选为大于等于 20s。在本发明提供的一个实施例中,所述聚乙烯醇和水在高压搅拌釜中混合塑化,混合塑化得到的混合料在双螺杆挤出机中继续进行混合塑化。混合塑化结束后,得到聚乙烯醇溶液。在本发明中,所述聚乙烯醇溶液的固含量为 20 ~ 50wt%,优选为 30 ~ 40wt%。

[0025] 得到所述聚乙烯醇溶液后,所述聚乙烯醇溶液进行过滤。其中,所述过滤的温度为 100 ~ 160℃,优选为 120 ~ 140℃;所述过滤的压力大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压,优选大于等于 0.1MPa。本发明对所述过滤的设备没有特别限定,优选为本领域技术人员熟知的过滤器,更优选为金属丝网凝胶去除型过滤器。在本发明中,所述过滤器的滤网

滤径优选 $\leq 2 \mu\text{m}$ 。聚乙烯醇溶液经过过滤后,滤去了聚乙烯醇溶液中的固体杂质,得到聚乙烯醇过滤液。

[0026] 得到聚乙烯醇过滤液后,所述聚乙烯醇过滤液进行脱泡。其中,所述脱泡的温度优选为 $100 \sim 160^\circ\text{C}$ ,更优选为 $120 \sim 140^\circ\text{C}$ ;所述脱泡的压力优选大于等于水在所述过滤温度下的饱和蒸汽压,更优选大于等于 $0.1\text{MPa}$ ;所述脱泡的时间优选大于等于 $1\text{min}$ 。本发明对所述脱泡的设备没有特别限定,优选为本领域技术人员熟知的静态混合器或在线脱泡机。聚乙烯醇过滤液经过脱泡后,去除了聚乙烯醇过滤液中的气泡,得到聚乙烯醇脱泡液。

[0027] 得到聚乙烯醇脱泡液后,所述聚乙烯醇脱泡液进行涂布和干燥,得到聚乙烯醇薄膜。本发明对所述涂布和干燥的方式没有特别限定,可以按照以下方式进行:将所述聚乙烯醇脱泡液涂布在刚性材料表面后,进行干燥,得到聚乙烯醇薄膜。其中,所述刚性材料优选为镜面背辊或镜面不锈钢带;所述干燥的温度优选为 $80 \sim 99^\circ\text{C}$ ;所述干燥的时间优选为 $60\text{s}$ 以上,更优选为 $60\text{s} \sim 2\text{min}$ 。在本发明中,干燥后得到的薄膜的含水率优选控制为 $5\%$ 。

[0028] 本发明提供提高聚乙烯醇溶液的固含量,降低了溶液的烘干脱水负荷,提高了成膜质量与生产效率。本发明通过提高聚乙烯醇和水在混合塑化工序和过滤工序中的压力和温度,从而提高了聚乙烯醇在水中的溶解度,降低了聚乙烯醇溶液的黏度,进而解决了高浓度聚乙烯醇溶液难以溶解和难以过滤的问题。在本发明提供的优选实施方式中,还提高了聚乙烯醇溶液脱泡工序的压力和温度,从而降低了脱泡过程中聚乙烯醇溶液的黏度,进而提高了聚乙烯醇溶液的脱泡效果。本发明提供的方法可以解决高固含量、高醇解度聚乙烯醇溶液难以制备聚乙烯醇薄膜的问题。实验结果表明,采用本发明提供的方法能够将固含量 $20 \sim 50\text{wt}\%$ 的聚乙烯醇溶液制备成极限拉伸倍率为 $6.2 \sim 7.2$ 倍的聚乙烯醇薄膜。

[0029] 为更清楚起见,下面通过以下实施例进行详细说明。

[0030] 实施例 1

[0031] 1) 将聚乙烯醇(聚合度为 $10000$ ,醇解度为 $98\%$ )、丙三醇和水按照 $2:0.1:7.9$ 的质量比投入高压搅拌釜中,在 $160^\circ\text{C}$ 、 $0.4\text{MPa}$ 下搅拌 $1\text{h}$ 时间,得到固含量为 $20\text{wt}\%$ 的聚乙烯醇溶液;

[0032] 2) 所述聚乙烯醇溶液泵送至金属丝网凝胶去除型过滤器(滤网滤径为 $2 \mu\text{m}$ ),在 $160^\circ\text{C}$ 、 $2\text{MPa}$ 下进行过滤,得到聚乙烯醇过滤液;

[0033] 3) 所述聚乙烯醇过滤液输送至静态混合器,在 $160^\circ\text{C}$ 、 $0.4\text{MPa}$ 下混合 $3\text{min}$ 时间,得到聚乙烯醇脱泡液;

[0034] 4) 将所述聚乙烯醇脱泡液涂覆在镜面背辊表面,之后在 $99^\circ\text{C}$ 在烘干 $60\text{s}$ ,得到厚度 $75\mu\text{m}$ 、含水率 $5\%$ 的聚乙烯醇薄膜。

[0035] 实施例 2

[0036] 1) 将聚乙烯醇(聚合度为 $1700$ ,醇解度为 $99\%$ )、丙三醇和水按照的 $5:1:4$ 质量比投入双螺杆挤出机中,在 $100^\circ\text{C}$ 、 $0.1\text{MPa}$ 下共混挤出,物料在挤出机中的停留时间约为 $20\text{s}$ ,得到固含量为 $50\text{wt}\%$ 的聚乙烯醇溶液;

[0037] 2) 所述聚乙烯醇溶液泵送至金属丝网凝胶去除型过滤器(滤网滤径为 $2 \mu\text{m}$ ),在 $100^\circ\text{C}$ 、 $0.1\text{MPa}$ 下进行过滤,得到聚乙烯醇过滤液;

[0038] 3) 所述聚乙烯醇过滤液输送至在线脱泡机,在 $100^\circ\text{C}$ 、 $0.1\text{MPa}$ 下脱泡 $1\text{min}$ 时间,得到聚乙烯醇脱泡液;

[0039] 4) 将所述聚乙烯醇脱泡液涂覆在镜面背辊表面,之后在 80℃在烘干 2min,得到厚度 75um、含水率 5%的聚乙烯醇薄膜。

[0040] 实施例 3

[0041] 1) 将聚乙烯醇(聚合度为 2500,醇解度为 99.99%)、丙三醇和水按照的质量比 2.5:0.25:7.25 投入高压搅拌釜中,在 130℃、0.35Mpa 下搅拌 2h 时间;之后输送至长径比为 30 的双螺杆挤出机中,在 100℃、0.2Mpa 下共混挤出,物料在挤出机中的停留时间约为 20s,得到固含量为 20wt%的聚乙烯醇溶液;

[0042] 2) 所述聚乙烯醇溶液泵送至金属丝网凝胶去除型过滤器(滤网滤径为 2 μm),在 130℃、2Mpa 下进行过滤,得到聚乙烯醇过滤液;

[0043] 3) 所述聚乙烯醇过滤液输送至在线脱泡机,在 100℃、0.2Mpa 下搅拌 1min 时间,得到聚乙烯醇脱泡液;

[0044] 4) 将所述聚乙烯醇脱泡液涂覆在镜面背辊表面,之后在 95℃在烘干 120s,得到厚度 75um、含水率 5%的聚乙烯醇薄膜。

[0045] 实施例 4

[0046] 性能测试

[0047] 本发明按照以下方法测试了本发明中聚乙烯醇膜的极限拉伸倍率:

[0048] 拉伸前的 PVA 薄膜的宽度方向(TD)的中央部采集长度方向(MD)\*宽度方向(TD) = 10cm\*5cm 的试验片,将该试验片的长度方向的两端固定与拉伸夹具,以使拉伸部分的尺寸为长度方向(MD)\*宽度方向(TD) = 5cm\*5cm,在 30℃水中浸渍 38s,在此过程中以 12cm/分钟的拉伸速度沿着长度方向(MD)单轴拉伸至原长度的 2.2 倍后,在以质量分数为 3%的含有碘、以质量分数为 3%的含有碘化钾的温度 30℃的硼酸/碘化钾水溶液中浸渍约 20s,在此过程中以 12cm/分钟的拉伸速率沿着长度方向(MD)单轴拉伸(第三步拉伸)至原长度的 3.6 倍,接着,一边在以质量分数为 4%的含有硼酸、以质量分数约 5%的含有碘化钾的温度约 60℃的硼酸/碘化钾水溶液中浸渍,一边以 12cm/分钟的拉伸速度沿着长度方向(MD)单轴拉伸至试验片断裂,读取试验片断裂时的拉伸倍率(断裂时的长度相对于原长度的比值)。对于同一 PVA 薄膜,进行 5 次上述拉伸实验,取其平均值作为 PVA 薄膜的极限拉伸倍率。检测结果如表 1 所示:

[0049] 表 1 聚乙烯醇薄膜性能测试结果

[0050]

实施例	厚度 / μm	聚合度	醇解度	极限拉伸倍率
1	75	10000	98%	7.2
2	75	1700	99%	6.2
3	75	2500	99.99%	6.7

[0051] 通过表 1 可以看出,本发明中聚乙烯醇膜的极限拉伸倍率为 6.2 ~ 7.2 倍。

[0052] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。