

亚临界水条件下废旧涤纶混纺织物的分离

张美玲¹, 史晟^{1,2*}, 侯文生^{1,2}, 张博楠¹,
凌晨¹, 王淑花¹, 牛梅¹

(1. 太原理工大学 轻纺工程学院, 山西 晋中 030600; 2. 山西瑞赛格纺织科技有限公司, 山西 晋中 030600)

摘要: 利用棉纤维和涤纶不同的耐酸性, 结合亚临界水的特性, 采用水热法对废旧涤纶混纺织物的分离回收进行了考察。以 $m(\text{涤纶}):m(\text{棉})=1:4$ 的废旧涤纶织物为考察对象, HCl 为催化剂, 研究了水热温度、反应时间及 HCl 质量分数对分离过程的影响, 并利用 FTIR、XRD、SEM、HPLC 及 DSC 对水热反应前后产物的物化性能进行了表征。结果表明: 在水热温度 150 °C、反应时间 3 h、 $w(\text{HCl})=1.5\%$ 的水解条件下, 混纺织物中棉纤维一部分水解形成固体纤维素粉末, 产率约为 48.21%; 其余水解生成水溶性糖类物质, 其中葡萄糖质量分数为 15.57%; 水热处理后的涤纶纱线回收率高达 96.24%, 断裂强度约降低 3%。含有水溶性糖类的水解液可循环使用 5 次。

关键词: 废旧涤纶织物; 水热反应; 分离; 水解; 回收再利用

中图分类号: TS199 文献标识码: A 文章编号: 1003-5214(2018)09-1548-08

Separation of Waste Polyester-Cotton Blended Textile under Subcritical Water Condition

ZHANG Mei-ling¹, SHI Sheng^{1,2*}, HOU Wen-sheng^{1,2}, ZHANG Bo-nan¹,
LING Chen¹, WANG Shu-hua¹, NIU Mei¹

(1. College of Textile Engineering, Taiyuan University of Technology, Jinzhong 030600, Shanxi, China; 2. Shanxi Ruisaige Textile Technology Co., Ltd., Jinzhong 030600, Shanxi, China)

Abstract: Separation and recovery of waste polyester-cotton blended fabric was investigated by hydrothermal method, considering different acid resistance of cotton fiber and polyester fiber and characteristics of subcritical water. The effects of hydrothermal temperature, reaction time and mass fraction of hydrochloric acid on the separation process were studied by using polyester/cotton blended waste fabrics (mass fraction of polyester to cotton 1 : 4) as raw materials, hydrochloric acid as catalyst. The physicochemical properties of products before and after hydrothermal reaction were characterized by FTIR, XRD, SEM, HPLC and DSC. The results indicated that the optimum hydrothermal process was determined as follows: hydrothermal temperature 150 °C, and reaction time 3 h, mass fraction of hydrochloric acid 1.5%. Some cotton fiber in blended fabric was hydrolyzed into solid cellulose with a yield of about 48.21%, while the other dissolved cotton was turned to be water-soluble carbohydrates, with a glucose mass percentage of 15.57%. After hydrothermal treatment, the recovery rate of polyester yarn was up to 96.24%, and the fracture strength was reduced by about 3%. The hydrolysate containing water-soluble carbohydrates could be recycled 5 times.

Key words: waste polyester-cotton blended fabric; hydrothermal reaction; separation; hydrolysis; recycling and reusing

Foundation item: National Natural Science Foundation of China (51443005)

近年来, 随着人口数量的猛增和生活水平的提高, 纺织品的废弃量连年暴增。据统计, 2016年中国废旧纺织品总量高达2600万吨^[1], 大量废弃纺织品造成非常严重的资源浪费和环境污染。在废旧纺织品中, 聚酯(涤纶)棉类织物占到了80%以上^[2]。目前, 国内外研究学者致力于废旧涤棉类织物绿色化、高效化回收方法的研究。其中, 对纯棉和纯聚酯(涤纶)织物的回收再利用工艺较为成熟, 已基本实现规模化与产业化^[3]。但是对于废旧涤棉混纺织物, 由于无法高效地分离涤棉组分, 其回收再利用效果不是很理想。目前, 国内外废旧涤棉混纺织物的分离方法可分为物理和化学法^[4]。物理法即利用涤纶和棉组分在溶剂中的溶解性能的差异, 将其中一种组分溶于溶剂而实现涤棉分离^[5], 如采用1-丁基-3-甲基咪唑氯盐将涤棉混纺织物中的棉纤维溶解, 并得到聚酯。化学法是将其中一种组分部分或完全分解进行回收再利用。研究较早的是采用浓酸破坏棉纤维的结构以得到涤纶。浓酸除对环境和设备带来诸多损害外, 得到涤纶损伤也较大^[6]。为此, 研究者利用乙二醇醇解涤棉混纺织物中的涤纶, 并得到苯二甲酸和乙二醇, 但较高的醇解温度破坏了棉纤维的结构, 收益非常低^[7]。赵国樑^[8]等将混纺织物醇解为熔融状态的中间体, 并在此状态下将未发生变化的棉纤维滤出, 然后将熔融状态的聚酯再缩聚生成再生聚酯切片, 达到涤棉分离并分别实现应用的目的。遗憾的是, 将棉纤维从熔融状态的聚酯中过滤出来是非常困难的, 而在再生聚酯中混入短棉影响再生聚酯的性能^[9]。

水热法以高温高压状态下的水作为溶剂来进行水解反应, 不仅能够将高聚物转化为单体进行利用, 而且避免了化学试剂污染环境和腐蚀设备的问题^[10]。课题组前期研究了废旧涤纶和棉纤维在水热条件下的水解机制。结果表明在酸催化条件下, 涤纶和棉纤维的水解具有不同时性。水热条件下涤棉组分水解条件的差异, 使得其分离成为可能^[11]。因而, 本文采用水热法对废旧涤棉混纺织物的高效分离进行了研究。水热反应过程中, 废旧涤棉混纺织物中的棉纤维在稀盐酸的催化作用下 β -1,4糖苷键断裂, 水解为固体纤维素粉末和水溶性的低聚糖等^[12]。与此同时, 废旧涤棉混纺织物中的涤纶组分结构相对稳定, 不发生水解, 反应结束后依然以涤纶纱线的形式存在。从而, 实现了废旧涤棉混纺织物中的涤纶和棉纤维组分的有效分离。分离回收的涤纶具有一定的强度, 并保持了良好的物化性能; 而棉纤维水解后的产物纤维素粉末可用做纤维素工业原料或制备乙醇, 含有低聚糖的水解液可循环水解新的废旧涤棉织物, 实现了废旧纺织品的综合利用。本文重

点探讨了水热法分离废旧涤棉混纺织物过程中水热温度、反应时间、盐酸质量分数对分离效果的影响, 并对分离所得产物进行表征, 以达到废旧涤棉织物有效分离及高附加值利用的目的。

1 实验部分

1.1 材料与设备

废旧涤棉混纺织物, m (涤纶): m (棉)=1:4, 山西格芙兰纺织有限公司; 盐酸、无水乙醇, 分析纯, 天津市光复科技发展有限公司。

高温高压反应釜(1 L, 最高工作温度和压力分别为500 °C和42 MPa), 大连润昌石化设备有限公司; JSM-6700F型场发射扫描电镜, 日本电子公司; Y-2000型X射线衍射仪, 中国丹东通达科技有限公司; FTIR-1730型傅里叶变换红外光谱仪、Flexar LC-Chromera型高效液相色谱仪(HPLC), 美国Perkin Elmer公司; YG061电子单纱强力机, 浙江台州荣盛纺织有限公司; 721型可见分光光度计, 上海光谱仪器有限公司; SBDY-1数显白度仪, 杭州大吉光电仪器有限公司。

1.2 步骤

将废旧涤棉混纺织物剪碎为5 cm×2 cm的长方形, 洗净、烘干。称取12 g试样, 加入到600 mL的烧杯中, 分别加入质量分数为0.5%~2.5%的盐酸溶液, 常温下以400 r/min的速度搅拌30 min, 使反应物均匀溶解或分散在水中。然后, 将其装入高压反应釜中并密封, 反应釜填充度为60%。在110~170 °C反应1~5 h后, 自然冷却至室温, 取出反应产物, 离心分离固液相产物。利用抓手将固相产物中的涤纶纤维捞出, 实现涤棉固相产物的分离, 经多次乙醇和蒸馏水洗涤后得到纤维素粉末和纤维状的涤纶纤维。置于干燥箱中于60 °C干燥4 h, 烘干称重^[14]。

1.3 测试与表征

1.3.1 纤维素粉末得率的测定^[15]

纤维素粉末得率(Y , %), 其计算公式如式(1):

$$Y/\% = \frac{m_{\text{纤维素}}'}{m_{\text{棉}}} \times 100 \quad (1)$$

式中: $m_{\text{棉}}$ 为棉纤维的原始质量, g; $m_{\text{纤维素}}'$ 为水热反应后回收的纤维素粉末的质量, g。

涤纶回收率(R , %), 其计算公式如式(2)

$$R/\% = \frac{m_{\text{PET}}'}{m_{\text{PET}}} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_{PET} 为涤纶的原始质量, g; m_{PET}' 为水热反应后回收的涤纶纤维的质量, g。

1.3.2 表征方法

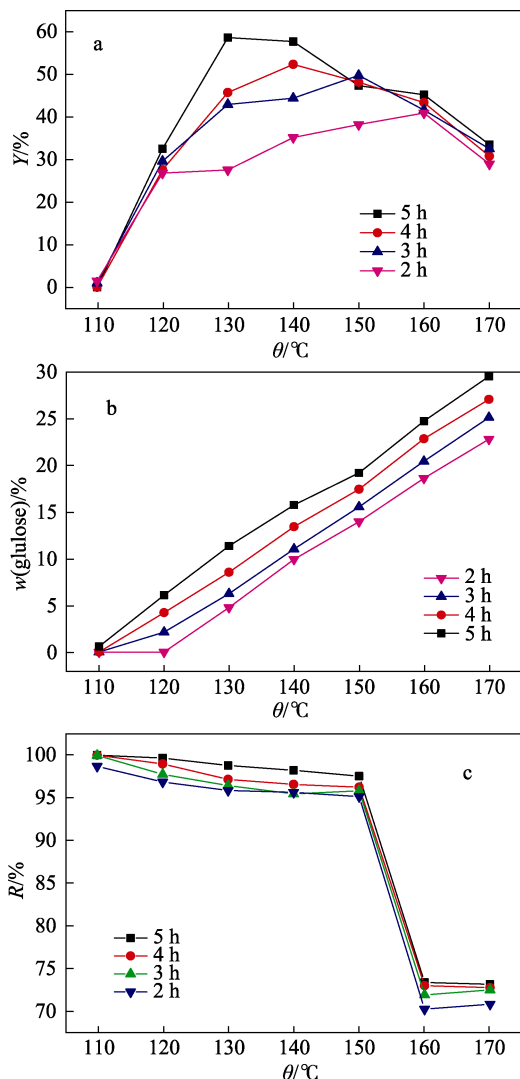
采用场发射扫描电镜对产物形貌结构进行测

试；使用 X 射线衍射仪表征样品的晶体结构；使用红外光谱仪对所制样品表面结构进行表征分析，测试条件为 KBr 压片法，恒温 20 °C；实验中液相产物表征采用高效液相色谱（HPLC）进行分析，水为流动相，流速 1.2 mL/min，柱温 50 °C，进样量 10 mL；采用电子单纱强力机测试纱线强力，拉伸速度 50 mm/min，夹持距离 100 mm；使用 721 型可见分光光度计测量葡萄糖的浓度；利用数显白度仪表征样品白度^[13]。

2 结果与讨论

2.1 水热温度对分离效果的影响

考察了水热温度对纤维素粉末得率（ Y ）、涤纶回收率（ R ）及葡萄糖质量分数（以水解液总质量为基准，下同）的影响，结果见图 1。



a—固体纤维素粉末；b—葡萄糖；c—涤纶纤维

图 1 水热温度对涤纶水热产物产率的影响

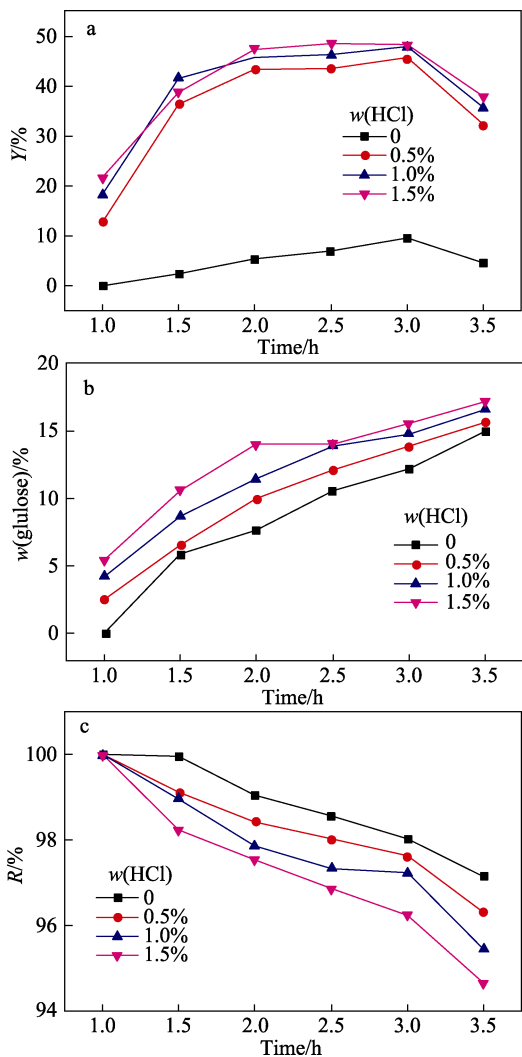
Fig. 1 Effects of hydrothermal temperature on the yield of hydrolysis products from waste polyester-cotton blended fabric

如图 1 可见，在不同时间（2、3、4、5 h）条件下，废旧涤纶混纺织物水解回收产物的得率随温度变化的趋势一致。如图 1a 所示，在 110~170 °C 的水热温度区间内，废旧涤纶混纺织物中的棉纤维水解产物纤维素粉末得率随温度的升高先增加后降低，而生成的葡萄糖的质量分数，随温度的升高则呈现线性增大的趋势（图 1b）。大量研究表明高温高压的水热效应可破坏棉纤维的晶体结构，使纤维素链发生裂解^[16]。因此，棉纤维在 110~170 °C 的弱酸性水溶液中难以保持为纤维状，大部分水解或裂解为固态粉末状的纤维素，若继续提高反应条件，棉纤维则进一步水解为可溶于水的葡萄糖等物质^[17]，使水解产物得率降低。另外，在水热温度不超过 150 °C 时，废旧涤纶混纺织物中涤纶的回收率均可达 90% 以上（图 1c）。涤纶大分子中的酯键断裂活化能较高，在水热温度较低时相对稳定，分子链不易断裂，因而在相同的水热条件下，涤纶混纺织物中的涤纶较好地保留了原有性能。但随着水热温度的升高，处于表层的聚酯分子出现热解现象，导致涤纶回收率有所下降^[18]。从图 1c 可以看出，涤纶的回收率均随着温度的升高逐渐降低，但在 110~150 °C 范围内，下降速率非常缓慢，降幅约为 3%；而当温度超过 150 °C 后，涤纶回收率迅速锐减至 75% 左右。因而，在水热温度为 150 °C 时，涤纶织物具有良好的分离效果。

2.2 保温时间对分离效果的影响

反应时间对纤维素粉末得率（ Y ）、涤纶回收率（ R ）及葡萄糖质量分数的影响见图 2。

如图 2，在不同盐酸质量分数（0、0.5%、1%、1.5%）条件下，废旧涤纶混纺织物水解回收产物的得率随反应时间的变化趋势基本一致。如图 2a 所示，棉纤维水解产物固体纤维素粉末得率随反应时间的延长呈现先增加后降低的趋势，得率在保温时间 3 h 时达到峰值。适当延长保温时间，可使水中的氢离子和棉纤维充分接触，提高氢离子攻击纤维素大分子效率，最终使苷键断裂，棉纤维逐渐水解，如果继续延长保温时间，纤维素粉末将进一步水解为低聚糖，导致水解液中的还原糖含量不断增加（图 2b）。研究表明，棉纤维主要发生水解反应，但较低的水热温度和氢离子浓度难以使棉纤维短时间内彻底水解，即不会大量生成单糖，此时反应体系中主要为棉纤维分子链的断裂，形成聚合度不同的纤维素^[19]。若继续延长保温时间，棉纤维大量水解形成葡萄糖，而葡萄糖极易分解^[20]，造成棉纤维的水解速率的提高，同时葡萄糖分解形成有机酸^[21]，也会进一步催化棉纤维的分解。因此，扼制棉纤维大量水解形成单糖是提高固体纤维素得率的保证。另外，



a—固体纤维素粉末; b—葡萄糖; c—涤纶纤维

图 2 反应时间对涤棉水热产物产率的影响

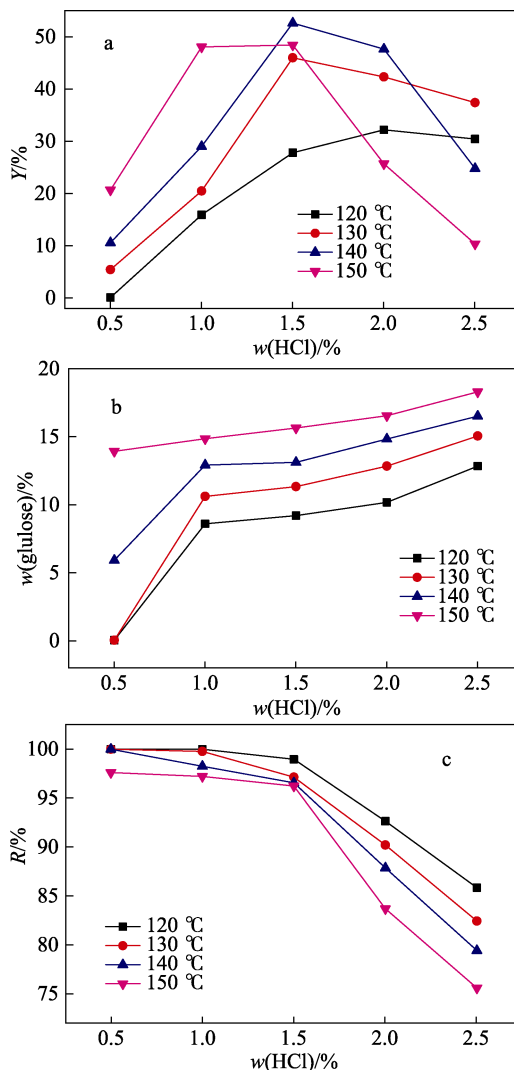
Fig. 2 Effects of reaction time on the yield of hydrolysis products from waste polyester-cotton blended fabric

从图 2c 可以看出, 涤纶纤维水热产物的回收率随反应时间的延长而线性降低, 但保温 3.5 h 时其得率在 90% 以上。以上研究表明, 在保温时间 3 h 时, 棉纤维水解所得纤维素产率最高, 为 45% 左右; 此时, 涤纶纤维回收率约为 96%。

2.3 盐酸质量分数对分离效果的影响

盐酸与其他含氧强酸相比, 具有一定的还原性, 对酯键或苷键的破坏作用相对较弱^[22], 因此通过改变 HCl 的浓度便于控制涤纶和棉纤维的水解程度。盐酸质量分数对纤维素粉末得率 (Y)、涤纶回收率 (R) 及葡萄糖质量分数的影响见图 3。

盐酸质量分数对涤棉组分水热产物得率也有一定的影响。H⁺可以通过与酯键以及 β -1,4 糖苷键形成正碳离子的作用来促进聚酯和纤维素的水解, 从而有效分离涤纶和棉纤维^[23]。如图 3 所示, 在水热温度一定的条件下, 盐酸质量分数对棉纤维的水解效率影响较大。由图 3a 可知, 随着盐酸质量分数的



a—固体纤维素粉末; b—葡萄糖; c—涤纶纤维

图 3 盐酸质量分数对涤棉水热产物产率的影响

Fig. 3 Effects of mass fraction of hydrochloric acid on the yield of hydrolysis products from waste polyester-cotton blended fabric

增大, 棉纤维水解产物固体纤维素粉末的得率快速增加达到最大值后又迅速减小, 峰值主要出现在盐酸质量分数为 1.5% 时^[24]。值得注意的是, 盐酸质量分数增加到 1.0% 后, 葡萄糖质量分数也迅速提高至 8% 以上 (图 3b)。另外, 对于涤纶而言, 当 $w(\text{HCl}) = 1.5\%$ 时, 涤纶未发生明显变化, 重量损失较小, 而盐酸质量分数超过 1.5% 后, 涤纶纤维水热产物的得率迅速下降。因此在 $w(\text{HCl}) = 1.5\%$ 的条件下, 涤棉混纺织物具有良好的分离效果。综上所述, 在水热温度 150 °C, 反应时间 3 h, $w(\text{HCl}) = 1.5\%$ 的条件下, 混纺织物中的涤棉组分具有良好的分离效果。纤维素粉末的得率约为 48.21%, 葡萄糖得率为 15.57%, 涤纶纤维的回收率为 96.24%。

2.4 水热分离后产物结构与性能表征

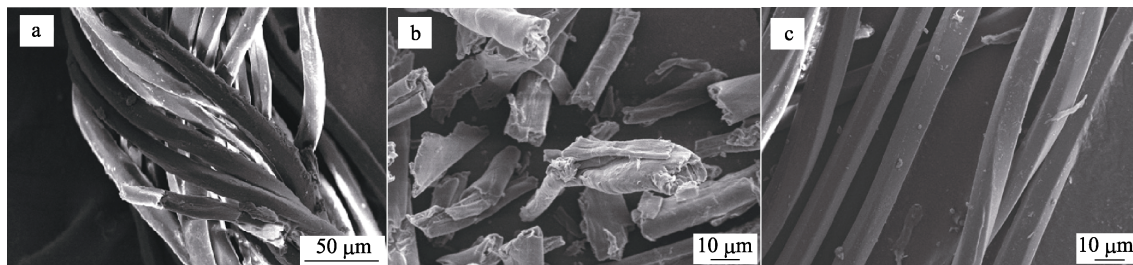
2.4.1 分离产物的形态结构

在 150 °C、3 h、 $w(\text{HCl}) = 1.5\%$ 水热条件下, 废

旧涤纶混纺织物及其水热回收产物的电镜图见图 4。

从图中可以看出，废旧涤纶混纺织物中棉与涤纶纤维混纺纠缠，水热处理后涤纶和棉纤维取得了较好的分离效果。涤纶仍以纤维形式存在，表面光滑，

截面呈圆柱状，形态结构未发生变化；同时，棉纤维的纤维形态不复存在，水解成为长度约为 20~50 μm 的不规则棒状物，纵向仍存在转曲结构，与微晶纤维素的结构类似^[25]。



a—废旧涤纶混纺织物；b—棉水解回收固体纤维素粉末；c—涤纶水解回收产物
a—waste polyester-cotton blended fabric; b—cellulose powder; c—recycled polyester fiber

图 4 样品的 SEM 图

Fig. 4 SEM images of samples

2.4.2 聚集态及大分子结构

棉纤维水热反应前后产物的 XRD (a) 及 FTIR (b) 图谱见图 5。

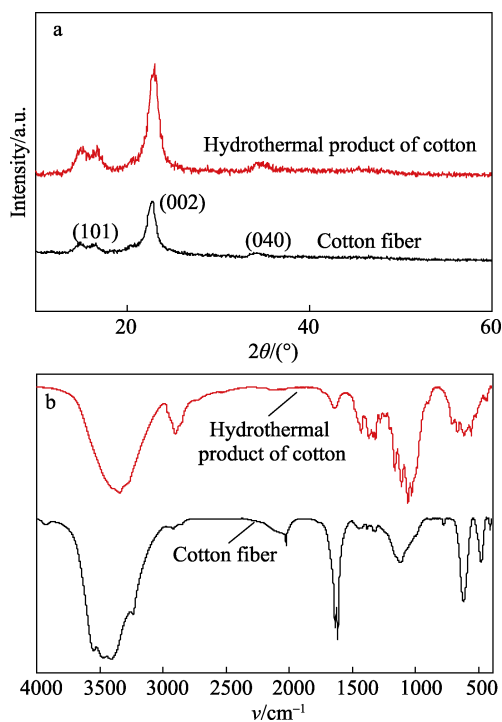


图 5 棉纤维水热反应前后产物的 XRD (a) 及 FTIR (b) 图谱

Fig. 5 XRD patterns (a) and FTIR spectra (b) of cotton and recycled product

由图 5a 可知，150 $^{\circ}\text{C}$ 、3 h、 $w(\text{HCl})=1.5\%$ 条件下，棉纤维在水热处理过程中，产物的晶体结构并未发生改变，均存在 (101)、(002) 和 (040) 3 个特征衍射峰，且峰位相同。产物结晶结构与棉纤维的结构类似，都属于纤维素 I 型^[26]。水热处理过

程中水解主要发生在棉纤维的非结晶区，导致棉纤维的结晶程度有所提高^[27]，表明水热处理废旧涤纶混纺织物后所得粉末状物质为纤维素粉末。由图 5b 可知，回收纤维素与棉纤维的红外谱图出峰位置几乎一致，与纤维素曲线相对应。二者均在 3400~3200 cm^{-1} 处出现宽而强的吸收峰，归属于 O—H 伸缩振动峰，这是纤维素纤维的特征吸收峰。在 2898 cm^{-1} 处出现 C—H 的伸缩振动吸收峰；1314 cm^{-1} 处出现 CH_2 的摇摆变形吸收峰^[28]。综上所述，水热条件下，棉纤维水解所得的纤维素粉末与棉纤维结构类似。

涤纶水热反应前后的 XRD (a) 和 FTIR (b) 对比图谱见图 6。

从图 6a 可知，水热反应前后涤纶的 XRD 图谱基本相同，在 2θ 为 16.5 $^{\circ}$ 、22.5 $^{\circ}$ 、26.0 $^{\circ}$ 处均出现了明显的衍射峰，与水热反应前 PET 的 (010)、(110) 和 (100) 3 个晶面的衍射峰出现的位置一致，表明涤纶纤维水热处理后，其聚集态结构没有发生本质变化^[29]。由图 6b 可知，回收的涤纶纤维与纯涤纶的红外谱图出峰位置几乎一致。二者都在 2962 cm^{-1} 附近出现弱的吸收峰，此峰为分子链中苯环上不饱和 C—H 键的对称伸缩振动峰；1712 cm^{-1} 处为羰基吸收峰，峰的强度大且尖锐，为酯类化合物的特征峰^[30]；874、721 cm^{-1} 处的吸收峰是因苯环上 C—H 键的面外弯曲振动产生的^[31]。以上分析表明，水热处理后涤纶纤维的物化结构未发生明显变化。

2.4.3 分离产物的热学及力学性能

水热反应前后涤纶纤维 (a) 和棉 (b) 的 DSC 曲线见图 7。

由图 7a 可知，涤纶纤维水热反应前后，熔点基本不变。水热处理后，涤纶产物的熔融峰变宽，导致这种变化的原因可能是涤纶表面结晶程度不完全

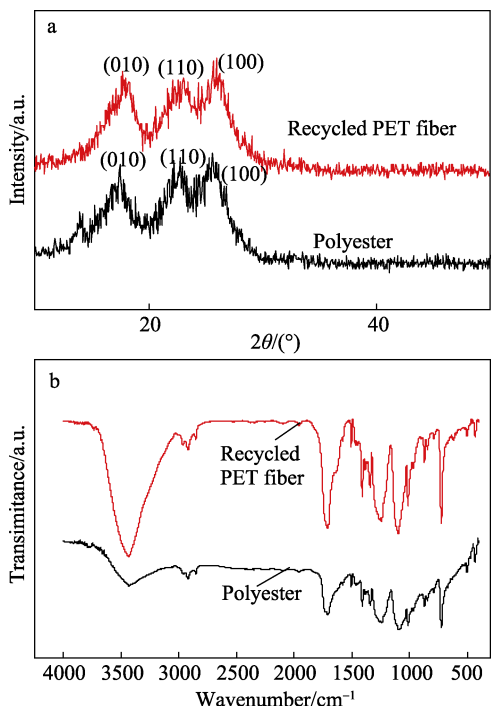


图 6 涤纶水热反应前后的 XRD (a) 和 FTIR (b) 对比图谱

Fig. 6 XRD patterns (a) and FTIR spectra (b) of polyester and its hydrolysis product

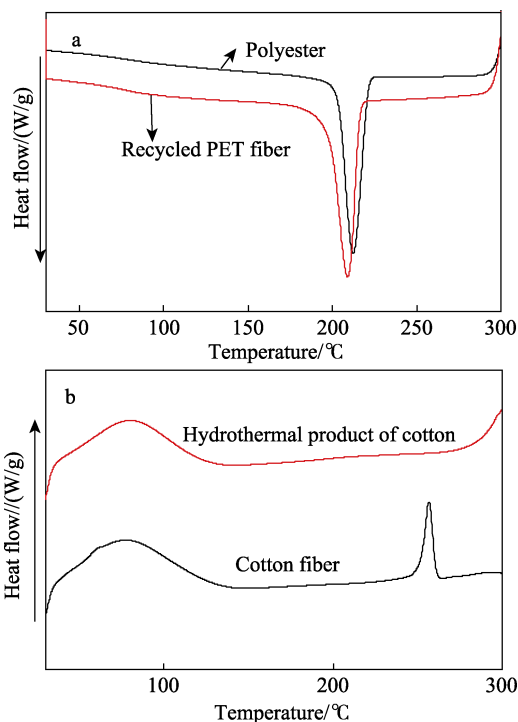


图 7 水热反应前后涤纶纤维 (a) 和棉 (b) 的 DSC 曲线
Fig. 7 DSC curves of polyester (a) and cotton (b) before and after hydrothermal treatment

的部分发生水解, 导致涤纶纤维结晶程度的变化, 从而导致熔限变宽^[32]。一般来说, 高结晶度使得涤纶纤维易发生脆断, 断裂强度有所下降, 这与表 1 中涤纶强度表征的结果相一致^[33]。从图 7b 可以看出

水热反应后, 棉纤维水解产物的热解温度向高温区移动, 这也与产物结晶度变大的结果相一致。热力学性能测试结果表明, 水热分离后回收的涤纶纤维的力学性能和热力学性能未发生明显变化。

对水热反应前后涤纶的力学性能进行了表征, 结果见表 1。

表 1 水热反应后涤纶的力学性能表征

Table 1 Mechanical properties of polyester before and after hydrothermal reaction

	断裂强度/ (cN/dtex)	断裂 伸长率/%	初始模量/ (cN/dtex)
水热处理前	3.04	23.24	23.40
水热处理后	2.95	25.23	16.83

由表 1 可知, 水热反应前后涤纶纤维的断裂强度及初始模量都有所下降, 断裂强度由 3.04 cN/dtex 下降到 2.95 cN/dtex, 下降了 3%。这是由于涤纶纤维在亚临界水条件下应力裂化, 造成了纤维的刻蚀, 使得纤维发生脆断造成的^[34]。

2.5 水解液的循环使用

水解反应令人诟病的往往是水的使用和排放, 因此本实验对水解液也做了一定的研究。实验中的液相产物为棉纤维水解而成的低聚糖及盐酸的混合水溶液。研究表明, 混合水溶液仍可继续催化棉纤维水解, 实现废旧涤纶织物的分离。作者尝试以初次实验得到的水溶液为水解液, 直接用来分离新的涤纶织物, 并得到二次水溶液, 然后再用二次水溶液处理新的涤纶织物, 以此循环往复。

纤维素粉末得率及葡萄糖质量分数与循环次数的关系见图 8。棉纤维水热反应后, 回收所得的固体纤维素粉末样品见图 9。

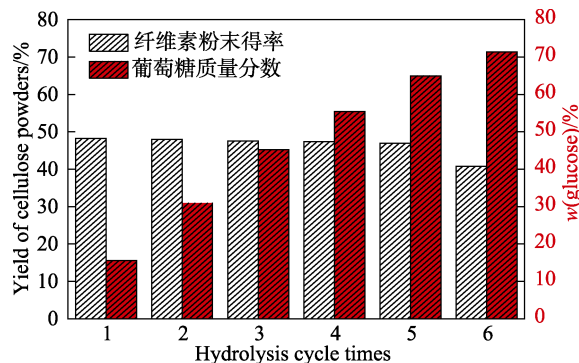
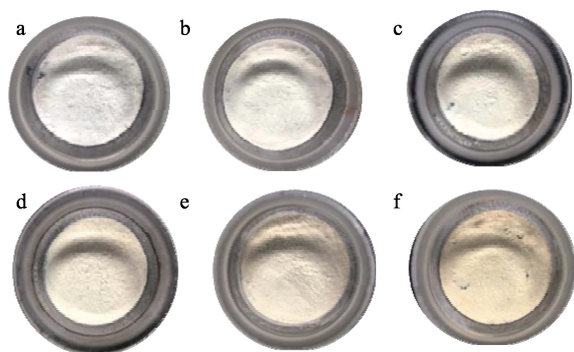


图 8 纤维素粉末得率及葡萄糖浓度与循环次数的关系
Fig. 8 Relationship between yield of cellulose powder and glucose under different cyclic times

由图 8 可知, 在水热温度 150 °C、反应时间 3 h 和 $w(\text{HCl})=1.5\%$ 的最佳分离条件下, 水解液循环使用 5 次时, 纤维素粉末的产量基本不变, 表明循环回用的水解液对废旧涤纶织物中的棉组分依然有



a—1 次；b—2 次；c—3 次；d—4 次；e—5 次；f—6 次

图 9 不同循环次数水解所得纤维素粉末样品

Fig. 9 Samples of cellulose powder obtained at different cycle times

很好的水解作用；循环次数超过 5 次后，纤维素粉末得率迅速下降为 40.78%。同时，随着循环次数的增加，溶液中葡萄糖浓度逐渐增大。开始是葡萄糖的浓度呈线性增加，随后增长速率变缓。根据 Gholamzad^[35]等提出的纤维素水解动力学模型，在酸溶液体系中由纤维素降解所得的葡萄糖不稳定，会继续水解为糠醛类小分子物质，而葡萄糖的水解速率只与溶液中葡萄糖的浓度有关^[36]。随着循环次数的增加，水解液中的高浓度的葡萄糖优先发生水解生成小分子物质。因而，水解液中葡萄糖的质量分数并没有随着循环次数的增加而成倍增长，反而增量随着循环次数的增加逐渐降低。此时，水解液中有有效水解的 H⁺ 浓度下降，水解液的 pH 值变大，导致纤维素粉末得率下降^[37]。由图 9 可见，葡萄糖进一步水解所得的小分子杂质附着在棉纤维水解产物固体纤维素粉末的表面，导致水解所得产物的白度降低。因此，综合考虑水解产物的物化性能可确定水解液的最佳循环次数为 5 次。

对水解液循环使用 1~6 次回收所得的纤维素粉末的白度进行了表征，结果见表 2。

表 2 水解液循环使用 1~6 次回收所得纤维素粉末的白度值
Table 2 Whiteness of recycled cellulose powder after hydrolysis liquid recycled 1~6 times

	循环次数					
	1	2	3	4	5	6
白度值/%	84.7	83.9	82.5	81.4	80.6	80.1

由表 2 可知，回收的固体纤维素粉末的白度值随着循环次数的增加呈现不断下降的趋势。因此，综合考虑水解产物的物化性能可确定水解液的最佳循环次数为 5 次。

3 结论

(1) 在水热温度 150 °C、反应时间 3 h 和 w

(HCl) = 1.5% 的条件下，高温高压酸催化棉纤维 48.21% 水解为固体纤维素粉末，其余生成水溶性低聚糖；混纺织物中的涤纶组分无明显质量损失，仍以纤维形式存在，实现废旧涤棉混纺织物组分分离。

(2) 废旧涤棉混纺织物分离回收所得水解液可循环使用，循环次数为 5 次时，分离回收的固体纤维素粉末的白度仍达到 80.6%。

(3) 水热反应后，分离回收涤纶的断裂强度平均值仍可达 2.95 cN/dtex，达到再次开松纺纱的要求；固体纤维素粉末为 20~50 μm 的不规则棒状结构，可应用于化妆品、食品包装等领域。

参考文献：

- [1] Sun X, Lu C, Zhang W, *et al.* Acetone-soluble cellulose acetate extracted from waste blended fabrics via ionic liquid catalyzed acetylation[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2013, 98(1): 405-411.
- [2] Pivnenko K, Eriksson E, Astrup T F. Waste paper for recycling: Overview and identification of potentially critical substances[J]. *Waste Management*, 2015, 45: 134-142.
- [3] Ismail Z Z, Talib A R. Recycled medical cotton industry waste as a source of biogas recovery[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2016, 112(5): 4413-4418.
- [4] Yan J, Zhang R. Influence of activation methods on waste cotton-polyester fabric recycling[J]. *Journal of Textile Research*, 2012, 33(5): 50-55.
- [5] Lv F, Wang C, Zhu P, *et al.* Isolation and recovery of cellulose from waste nylon/cotton blended fabrics by 1-allyl-3-methylimidazolium chloride[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2015, 123(5): 424-431.
- [6] Weber S, Lynes J, Young S B. Fashion interest as a driver for consumer textile waste management: Reuse, recycle or disposal[J]. *International Journal of Consumer Studies*, 2017, 41(2): 207-215.
- [7] Rong Zhen (荣真), Chen Jun (陈昀), Tang Shijun (唐世君). Components separation of waste polyester-cotton blended textile with ionic liquid dissolving method[J]. *Journal of Textile Research (纺织学报)*, 2012, 33 (08): 24-29.
- [8] Zhang Chenxi (张晨曦), Zhao Guoliang (赵国樑), Yang Zhongkai (杨中开). A study on the degradation-rheological behavior of PET regenerated from used polyester textiles [J]. *China Textile Leader (纺织导报)*, 2017, (03): 82-85.
- [9] Liu Hongru (刘红茹), Chen Jun (陈昀). Separation of waste polyester-cotton blended fabrics by glycolysis method [J]. *China Synthetic Fiber Industry (合成纤维工业)*, 2015, 38(06): 22-24.
- [10] Wang S, Liu J, Li F, *et al.* Study on converting cotton pulp fiber into carbonaceous microspheres[J]. *Fibers & Polymers*, 2014, 15(2): 286-290.
- [11] Shi Sheng (史晟). Study on the hydrothermal carbonization mechanisms of waste poly-cotton fabrics in subcritical water [D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2016.
- [12] Girgis B S, Ishak M F. Activated carbon from cotton stalks by impregnation with phosphoric acid[J]. *Materials Letters*, 1999, 39(2): 107-114.
- [13] Li Zhi (李智). Study on separation technology of waste polyester-cotton blended fabric [D]. Tianjin: Tianjin Polytechnic University (天津工业大学), 2011.
- [14] Wang Shaopeng (汪少朋), Gan Shenghua (甘胜华), Li Xianshun (李现顺), *et al.* Continuous separation and recovery equipment and technology of waste cotton-polyester fabric: CN104327255A[P]. 2015.
- [15] Yang Ye (杨叶), Chen Hongzhang (陈洪章). Preparation of carboxymethylcellulose from steam exploded crop straw [J]. *CIESC Journal (化工学报)*, 2009, 60(7): 1843-1849.