



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110358033 B

(45) 授权公告日 2022.05.10

(21) 申请号 201910576331.2

审查员 赵俊慧

(22) 申请日 2019.06.28

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110358033 A

(43) 申请公布日 2019.10.22

(73) 专利权人 南京工程学院

地址 211167 江苏省南京市江宁区科技园  
弘景大道1号南京工程学院

(72) 发明人 曹沈炆 黄玉安 陈舜 杨凯娜

周俊婕 韩冰 杭祖圣 汤静怡

(74) 专利代理机构 南京源古知识产权代理事务

所(普通合伙) 32300

专利代理师 郑宜梅

(51) Int. Cl.

C08G 12/34 (2006.01)

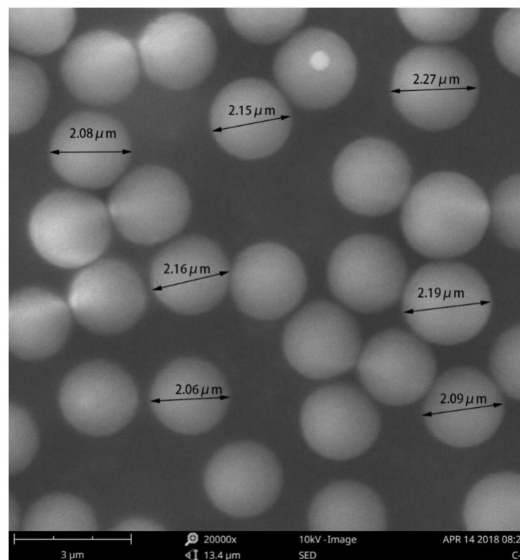
权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法,该微球是在蜜氨树脂分子结构中同时引入氨基和磺酸基,制备方法是以蜜胺树脂预聚体为主共聚单体,在分子结构中引入含氨基、磺酸基的第二共聚单体,并按比例混合,在分散剂的保护下利用磺酸基自身解离出的质子为催化剂实现两种单体共缩聚得到。本发明具有以下特性:微球粒径在100 nm-10 μm内可控,表面光滑,转化率高,单分散程度高,基本无团聚现象;微球热分解温度在300℃以上;微球能够形成内盐键,具有pH响应功能;微球能够通过控制环境pH来实现。微球在药物合成、食品纯化、催化技术、光子晶体污水处理、水泥减水、人工超材料领域有良好的应用潜力。



1. 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,其特征在于:用于制备单分散两性离子交换热固性树脂微球;所述单分散两性离子交换热固性树脂微球为在蜜胺树脂主单体分子结构中同时引入含氨基和磺酸基的第二单体后共聚成球;所述单分散两性离子交换热固性树脂微球的粒径为100 nm-10 μm;

包括以下步骤:

步骤一:蜜胺树脂主单体的制备;

将5-10质量份的三聚氰胺、9-18质量份浓度为37 %的甲醛溶液、16-32质量份的去离子水进行混合生成第一混合液;在第一混合液中加入无水碳酸钠将整个混合液体系的pH值调至9-11后,置于40-70 °C的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到蜜胺树脂主单体溶液;

步骤二:酸性共聚-成球;

将步骤一生成的蜜胺树脂主单体溶液,依次加入0.1-1.5质量份的分散剂、1-14质量份的第二单体对氨基苯磺酸、200-500质量份的去离子水混合后生成第二混合液,在第二混合液中加入碳酸钠将第二混合液的体系pH调至2-6后,将第二混合液置于40-90 °C水浴下机械搅拌;所述机械搅拌的转速为200-600 r/min;搅拌的同时进行超声分散;0.5-2 h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液;将单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液进行沉降;沉降之后分离出上层清液和下层固体;将下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球;

步骤三:未成球物料的种子聚合循环;

重复步骤一得到预聚体溶液,将预聚体溶液与步骤二中产生的上层清液进行混合后,补加不超过1.0质量份的分散剂,加入1-14质量份的第二共聚单体对氨基苯磺酸,补加50-350质量份的去离子水,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

2. 根据权利要求1所述的一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,其特征在于:所述步骤一中三聚氰胺与甲醛的摩尔比为1:(2.5-3.5)。

3. 根据权利要求1所述的一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,其特征在于:所述分散剂的浓度在0.1-0.4 wt.%之间。

4. 根据权利要求1所述的一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,其特征在于:所述分散剂为PVA、PEG与HEC中的一种或者两者或者三种以任意复配比进行复配。

5. 根据权利要求1所述的一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,其特征在于:所述步骤二中的沉降为离心沉降或者重力沉降。

## 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于高分子材料技术领域,具体涉及一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 两性离子交换树脂这种含有吸附阴、阳离子两种功能基团的功能高分子,其特殊的结构使得使得这两种功能基团在分子水平上实现混合,从而使树脂具有强极性,赋予了其在蛋白质提纯分离、污水处理、溶剂回收、稀贵金属提纯分离等领域的特殊应用。

[0003] 单分散两性离子交换热固性树脂微球是一种以长分子主链及交联横链的网络骨架结构的聚合物微球,这种微球表面和内部大量的氨基、磺酸基能够形成pH响应的盐键,使微球具有具有良好的两性离子交换能力和智能吸附特性。此外,蜜胺树脂的骨架结构赋予微球优异的物理化学性能(如:密度低、绝缘性好、热稳定性好、阻燃性好),同时其球形的外貌(100nm-10 $\mu$ m),使其具有组成可设计、粒径与形态均一可控、比表面积大、表面吸附性能强等特性,在药物合成、食品纯化、催化技术、光子晶体、污水处理、水泥减水、人工超材料等领域有良好的应用潜力。

[0004] 两性离子交换树脂微球通常以聚苯乙烯微球、酚醛树脂微球、脲醛树脂微球、聚四氟乙烯微球等作为基材,经胺化、磺化反应后使微球具有氨基、磺酸基,从而实现两性离子交换。现有技术:中国专利,CN105859981A公开了一种利用热固性树脂制备两性离子交换树脂的方法,该方法是将聚合物原料加入多聚甲醛,利用无水氯化锌作为催化剂进行氯甲基反应,然后加入三甲胺进行胺化,最后加入丙烯酸,过硫酸铵进行反应得到两性离子交换树脂。文献[高分子学报,2012(11):1276-1282.]提出了一种PVDF基两性离子交换树脂,其制备方法是以PVDF树脂为基材,采用共辐射接枝方法,在PVDF树脂上接枝苯乙烯(St)/甲基丙烯酸二甲胺基乙酯(DMAEMA)二元单体,随后对接枝产物进行磺化和质子化反应引入磺酸基和叔氨基正离子得到PVDF基两性离子交换树脂。文献[李丹杰,浙江工业大学,2014.]提出了一种以一定交联度的氯甲基苯乙烯微球(氯球)为基体,经季铵化、溶胀聚合制备了具有半互穿网络的两性离子交换树脂的方法。综合的看,虽然已有部分两性离子交换树脂和功能性微球已被研制出,但目前尚未见以蜜胺树脂为材质的两性例子交换树脂的相关报道。

### 发明内容

[0005] 1.所要解决的技术问题:

[0006] 针对上述的技术问题,本发明提供一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法。本方法制备的微球是以蜜胺树脂预聚体为主共聚单体,在分子结构中引入具有两性离子交换特性的含氨基、磺酸基的第二共聚单体,采用分散聚合经预聚、酸性共聚、种子聚合循环等步骤制备得到。

[0007] 2.技术方案:

[0008] 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球,其特征在于:所述单分散两性离子交

换热固性树脂微球为在蜜胺树脂主单体分子结构中同时引入含氨基和磺酸基的第二单体后共聚成球。

[0009] 进一步地,所述单分散两性离子交换热固性树脂微球的粒径为100nm-10 $\mu$ m。

[0010] 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法,用于制备如权利要求1至2任一权利要求所述的单分散两性离子交换热固性树脂微球;其特征在于:包括以下步骤:

[0011] 步骤一:蜜胺树脂主单体的制备;

[0012] 将5-10质量份的三聚氰胺、9-18质量份浓度为37%的甲醛溶液、16-32质量份的去离子水进行混合生成第一混合液;在第一混合液中加入无水碳酸钠将整个混合液体系的pH值调至9-11后,置于40-70 $^{\circ}$ C的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到蜜胺树脂主单体溶液。

[0013] 步骤二:酸性共聚-成球;

[0014] 将步骤一生成的蜜胺树脂主单体溶液,依次加入0.1-1.5质量份的分散剂、1-14质量份的第二单体对氨基苯磺酸、200-500质量份的去离子水混合后生成第二混合液,在第二混合液中加入碳酸钠将第二混合液的体系pH调至2-6后,将第二混合液置于40-90 $^{\circ}$ C水浴下机械搅拌;所述机械搅拌的转速为200-600r/min;搅拌的同时进行超声分散;0.5-2h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液;将单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液进行沉降;沉降之后分离出上层清液和下层固体;将下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0015] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环;

[0016] 重复步骤一得到预聚体溶液,将预聚体溶液与步骤二中产生的上层清液进行混合后,补加不超过1.0质量份的分散剂,加入1-14质量份的第二共聚单体对氨基苯磺酸,补加50-350质量份的去离子水,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0017] 进一步地,所述步骤一中三聚氰胺与甲醛的摩尔比为1:(2.5-3.5)。

[0018] 进一步地,所述分散剂的浓度在0.1-0.4wt.%之间。

[0019] 进一步地,所述分散剂为PVA、PEG与HEC中的一种或者两者或者三种以任意复配比进行复配。

[0020] 进一步地,所述步骤二中的沉降为离心沉降或者重力沉降。

[0021] 3.有益效果:

[0022] 本方法提供一种单分散两性离子交换热固性树脂微球及其制备方法,通过本方法制备得到的单分散两性离子交换热固性树脂微球分别用扫描电子显微镜、傅里叶变换红外光谱仪、热重分析仪表征微球的形貌和性能,特性如下:

[0023] (1) 制备出的单分散两性离子交换热固性树脂微球在100nm-10 $\mu$ m内可控、成球率高(>88%)、单分散性良好(PDI<0.0500)、表面较为光滑。

[0024] (2) FT-IR谱图可验证蜜胺树脂微球基体上引入了氨基和磺酸基。

[0025] (3) 微球热分解温度在300 $^{\circ}$ C以上,长期稳定使用温度为250 $^{\circ}$ C,性能优异。

[0026] (4) 微球由于同时具有氨基和磺酸基,这两类基团之间能够形成内盐键,使得这种两性离子交换树脂微球可再生并且对pH智能响应;具体表现为:pH<5容易形成内盐键,阴、阳离子交换容量分别低至0.11mmol/g、0.09mmol/g;pH>5内盐键断裂,微球的悬浮液随pH的增大逐渐变为透明,且阴、阳离子交换容量大幅提高,阴离子交换容量高达2.94mmol/g,阳

离子交换容量高达3.16mmol/g。

[0027] (5) 本方法生成的两性离子交换树脂微球能用于吸附 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$  (过渡金属) 和 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Au}^+$  (重金属) 等金属阳离子, 以及 $\text{F}^-$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$ 、 $\text{CrO}_4^{2-}$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 、 $\text{As}_2\text{O}_4^{3-}$ 等阴离子。

#### 附图说明

[0028] 图1为实施例1制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球扫描电子显微镜 (SEM) 照片;

[0029] 图2为实施例2制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球扫描电子显微镜 (SEM) 照片;

[0030] 图3为实施例3制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球扫描电子显微镜 (SEM) 照片;

[0031] 图4为实施例4制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球扫描电子显微镜 (SEM) 照片;

[0032] 图5为实施例1制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球傅里叶变换红外光谱图 (FT-IR);

[0033] 图6为实施例6制备的单分散两性离子交换热固性树脂微球热重分析 (TG) 图谱。

#### 具体实施方式

[0034] 下面结合附图对本发明进行具体的说明。

[0035] 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球, 其特征在于: 所述单分散两性离子交换热固性树脂微球为在蜜胺树脂主单体分子结构中同时引入含氨基和磺酸基的第二单体后共聚成球。

[0036] 进一步地, 所述单分散两性离子交换热固性树脂微球的粒径为100nm-10 $\mu\text{m}$ 。

[0037] 一种单分散两性离子交换热固性树脂微球的制备方法, 用于制备如权利要求1至2任一权利要求所述的单分散两性离子交换热固性树脂微球; 其特征在于: 包括以下步骤:

[0038] 步骤一: 蜜胺树脂主单体的制备;

[0039] 将5-10质量份的三聚氰胺、9-18质量份浓度为37%的甲醛溶液、16-32质量份的去离子水进行混合生成第一混合液; 在第一混合液中加入无水碳酸钠将整个混合液体系的pH值调至9-11后, 置于40-70 $^{\circ}\text{C}$ 的环境下搅拌分散, 直至溶液澄清, 得到蜜胺树脂主单体溶液。

[0040] 步骤二: 酸性共聚-成球;

[0041] 将步骤一生成的蜜胺树脂主单体溶液, 依次加入0.1-1.5质量份的分散剂、1-14质量份的第二单体对氨基苯磺酸、200-500质量份的去离子水混合后生成第二混合液, 在第二混合液中加入碳酸钠将第二混合液的体系pH调至2-6后, 将第二混合液置于40-90 $^{\circ}\text{C}$ 水浴下机械搅拌; 所述机械搅拌的转速为200-600r/min; 搅拌的同时进行超声分散; 0.5-2h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液; 将单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液进行沉降; 沉降之后分离出上层清液和下层固体; 将下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0042] 步骤三: 未成球物料的种子聚合循环;

[0043] 重复步骤一得到预聚体溶液,将预聚体溶液与步骤二中产生的上层清液进行混合后,补加不超过1.0质量份的分散剂,加入1-14质量份的第二共聚单体对氨基苯磺酸,补加50-350质量份的去离子水,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0044] 进一步地,所述步骤一中三聚氰胺与甲醛的摩尔比为1:(2.5-3.5)。

[0045] 进一步地,所述分散剂的浓度在0.1-0.4wt.%之间。

[0046] 进一步地,所述分散剂为PVA、PEG与HEC中的一种或者两者或者三种进行复配。也就是说,本方法中的分散剂可以根据任何复配比进行配比。其中最优方案应该是PVA,其次为HEC,其次为PVA和PEG的1:1复配液。

[0047] 进一步地,所述步骤二中的沉降为离心沉降或者重力沉降。

[0048] 实施例1.

[0049] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0050] 取5.6g的三聚氰胺,取10.8g的甲醛溶液(浓度为37%),取18质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50℃的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0051] 步骤二:酸性共聚-成球

[0052] 取上述预聚体,加入1.2g的聚乙烯醇1750±50(PVA1750±50)作为分散剂,加入6g的对氨基苯磺酸(PAS),加入258g的去离子水(体系pH约为2),置于60℃水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0053] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0054] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.6g聚乙烯醇1750±50(PVA1750±50),加入6g的对氨基苯磺酸(PAS),补加108g的去离子水(体系pH约为2),按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为2.08μm单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0364,其扫描电子显微镜(SEM)照片如附图1所示;其傅里叶变换红外光谱图(FT-IR)如附图5所示。

[0055] 实施例2.

[0056] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0057] 取8.4g的三聚氰胺,取16.2g的甲醛溶液(浓度为37%),取27质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50℃的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0058] 步骤二:酸性共聚-成球

[0059] 取上述预聚体,加入1.5g的聚乙烯醇1750±50(PVA1750±50)与聚乙二醇一万(PEG-10000)的复配物(复配比为1:1)作为分散剂,加入10g的对氨基苯磺酸(PAS),加入237g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至3,置于55℃水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0060] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0061] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.8g聚乙烯醇1750 $\pm$ 50(PVA1750 $\pm$ 50)与聚乙二醇一万(PEG-1万)的复配物(复配比为1:1),加入10g的对氨基苯磺酸(PAS),补加87g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至3,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为1.99 $\mu$ m单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0396,其扫描电子显微镜(SEM)照片如附图2所示。

[0062] 实施例3.

[0063] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0064] 取5.6g的三聚氰胺,取10.8g的甲醛溶液(浓度为37%),取18质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50 $^{\circ}$ C的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0065] 步骤二:酸性共聚-成球

[0066] 取上述预聚体,加入0.9g的聚乙烯醇1750 $\pm$ 50(PVA1750 $\pm$ 50)与羟乙基纤维素(HEC)的复配物(复配比为1:1)作为分散剂,加入5g的对氨基苯磺酸(PAS),加入259g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至4,置于50 $^{\circ}$ C水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0067] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0068] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.5g聚乙烯醇1750 $\pm$ 50(PVA1750 $\pm$ 50)与羟乙基纤维素(HEC)的复配物(复配比为1:1),加入5g的对氨基苯磺酸(PAS),补加110g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至4,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为2.32 $\mu$ m单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0409,其扫描电子显微镜(SEM)照片如附图3所示。

[0069] 实施例4.

[0070] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0071] 取5.6g的三聚氰胺,取10.8g的甲醛溶液(浓度为37%),取18质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50 $^{\circ}$ C的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0072] 步骤二:酸性共聚-成球

[0073] 取上述预聚体,加入0.6g的羟乙基纤维素(HEC)作为分散剂,加入4g的对氨基苯磺酸(PAS),加入260g的去离子水(体系pH约为2.5),用碳酸钠将体系pH调至5,置于65 $^{\circ}$ C水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0074] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0075] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.3g羟乙基纤维素(HEC),加入4g的对氨基苯磺酸(PAS),补加111g的去离子水(体系pH约为2.5),用碳酸钠将体系pH调至5,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为1.51 $\mu$ m单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0314,其扫描电子显微镜(SEM)照片如

附图4所示。

[0076] 实施例5.

[0077] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0078] 取5.6g的三聚氰胺,取10.8g的甲醛溶液(浓度为37%),取18质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50℃的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0079] 步骤二:酸性共聚-成球

[0080] 取上述预聚体,加入1.2g的聚乙二醇一万(PEG-1万)作为分散剂,加入1g的对氨基苯磺酸(PAS),加入263g的去离子水(体系pH约为3),用碳酸钠将体系pH调至6,置于70℃水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球,其扫描电子显微镜(SEM)照片如附图5所示。

[0081] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0082] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.6g聚乙二醇一万(PEG-1万),加入1g的对氨基苯磺酸(PAS),补加113g的去离子水(体系pH约为3),用碳酸钠将体系pH调至6,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为2.55 $\mu\text{m}$ 单分散单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0281。

[0083] 实施例6.

[0084] 步骤一:蜜胺树脂共聚单体的制备

[0085] 取11.2g的三聚氰胺,取21.6g的甲醛溶液(浓度为37%),取36质量份的去离子水,用无水碳酸钠将整个体系的pH值调至10,置于50℃的环境下搅拌分散,直至溶液澄清,得到预聚体溶液。

[0086] 步骤二:酸性共聚-成球

[0087] 取上述预聚体,加入1.5g的羟乙基纤维素(HEC)作为分散剂,加入14g的对氨基苯磺酸(PAS),加入415g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至4,置于60℃水浴下机械搅拌(200-600r/min)并加以超声分散,反应1h后得到单分散两性离子交换热固性树脂微球悬浊液,沉降之后分离上层清液和下层固体,下层固体洗涤干燥得到单分散两性离子交换热固性树脂微球。

[0088] 步骤三:未成球物料的种子聚合循环

[0089] 重复步骤一得到预聚体溶液,将其与上述上层清液混合,补加0.8g聚乙烯醇1750 $\pm$ 50(PVA1750 $\pm$ 50),加入14g的对氨基苯磺酸(PAS),补加165g的去离子水(体系pH约为2),用碳酸钠将体系pH调至4,按照步骤二的反应条件聚合,即可进行循环,最后得到粒径为2.74 $\mu\text{m}$ 单分散单分散两性离子交换热固性树脂微球,其分散系数PDI=0.0245,其扫描电子显微镜(SEM)照片如附图6所示。

[0090] 虽然本发明已以较佳实施例公开如上,但它们并不是用来限定本发明的,任何熟习此技艺者,在不脱离本发明之精神和范围内,自当可作各种变化或润饰,因此本发明的保护范围应当以本申请的权利要求保护范围所界定的为准。



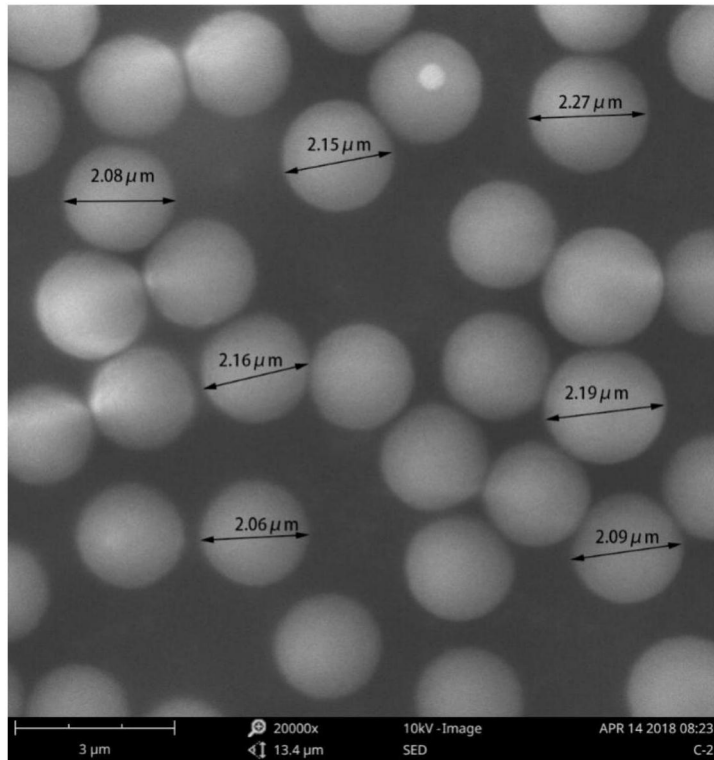


图1

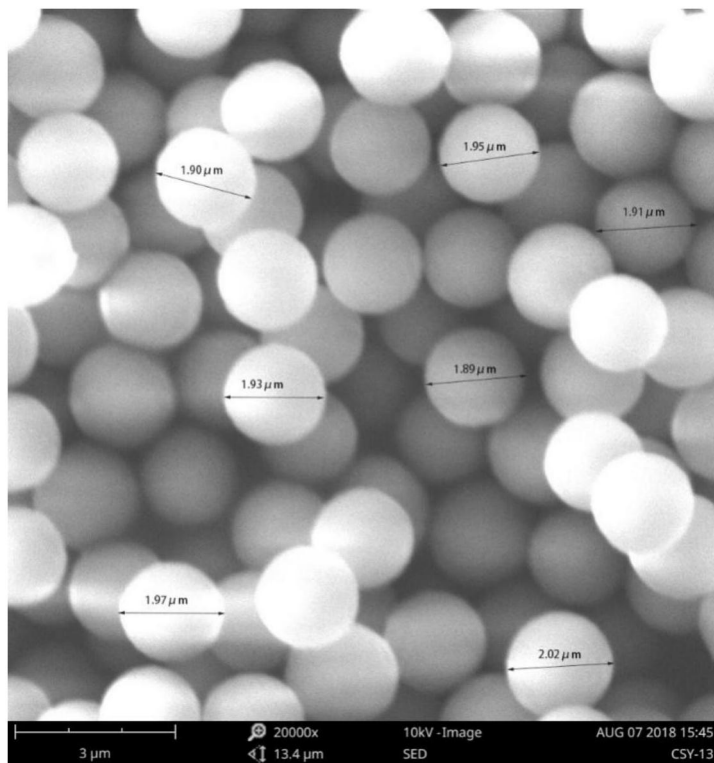


图2

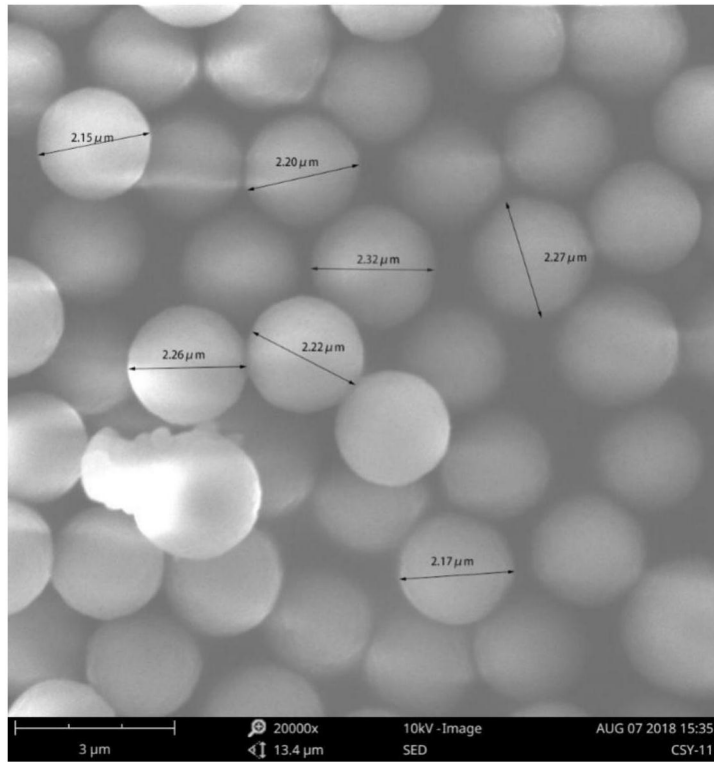


图3

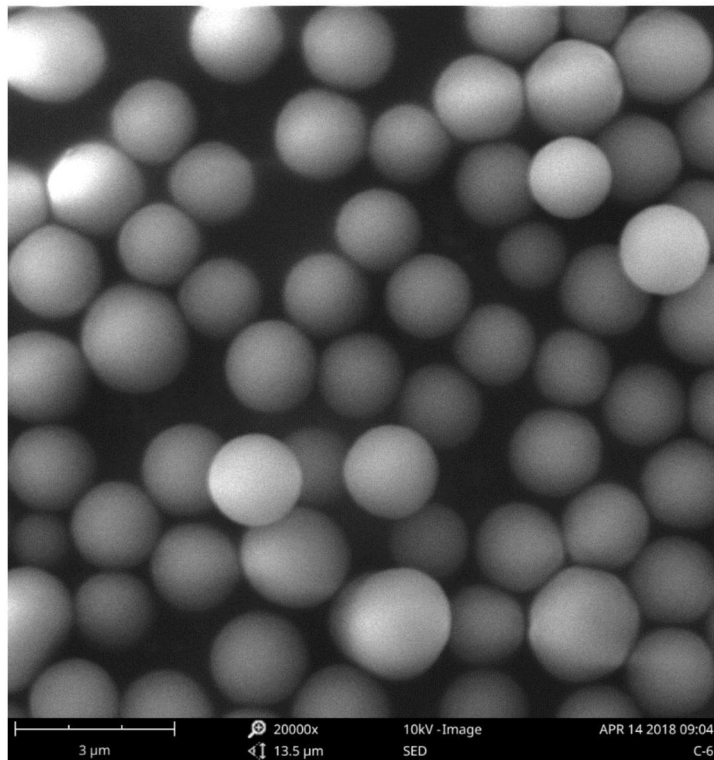


图4

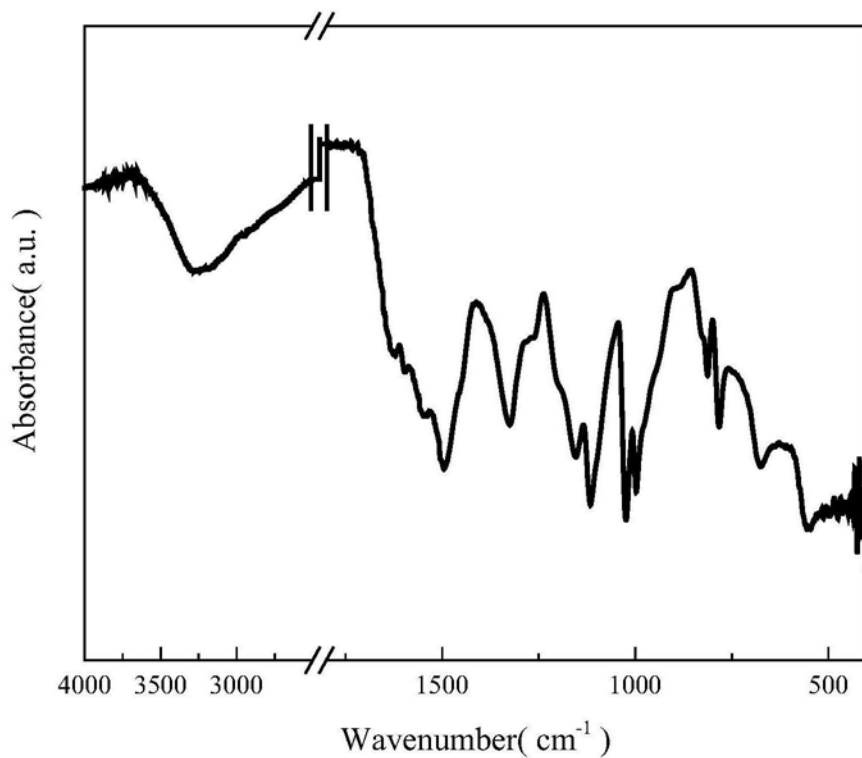


图5

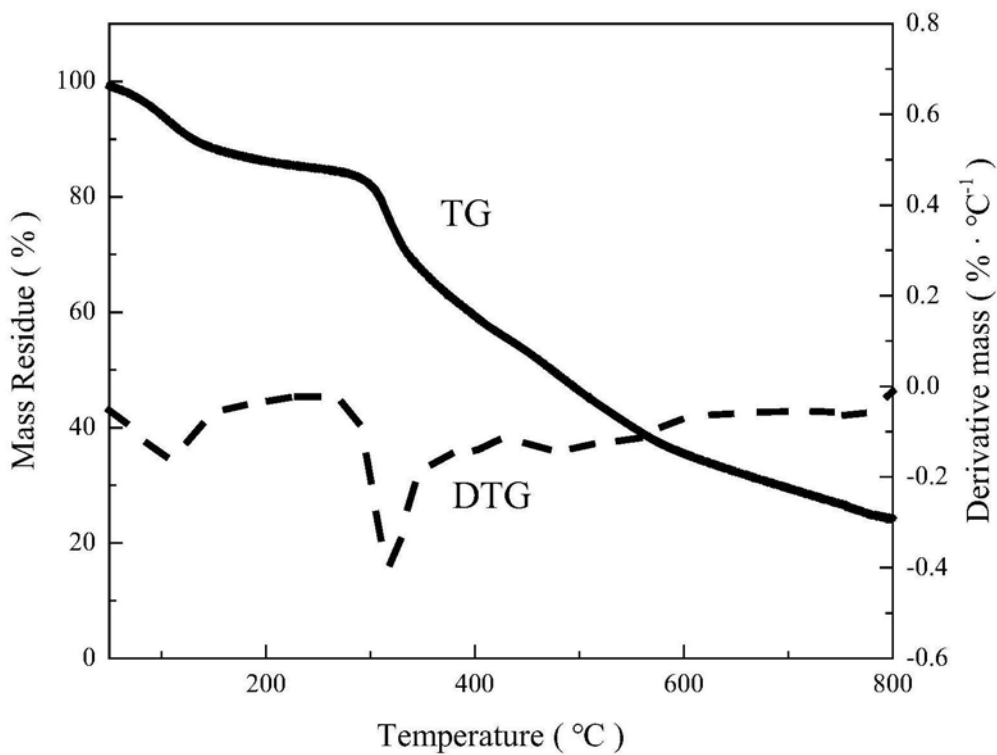


图6