



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107353417 B

(45)授权公告日 2020.03.13

(21)申请号 201710431326.3

B82Y 40/00(2011.01)

(22)申请日 2017.06.08

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

CN 105731444 A, 2016.07.06, 全文.

申请公布号 CN 107353417 A

CN 105705017 A, 2016.06.22, 全文.

JP 2007262158 A, 2007.10.11, 全文.

(43)申请公布日 2017.11.17

CN 103044173 A, 2013.04.17, 全文.

(73)专利权人 西安交通大学

刘亚群等. “乙酰苯胺对聚氯乙烯微观结构和性能的影响”. 《武汉理工大学学报》. 2007, 第29卷(第6期), 第5-7页.

地址 710049 陕西省西安市碑林区咸宁西路28号

(72)发明人 董光能 陆海林 李星 郭俊德  
任姗姗 李月

刘亚群. “小分子有机化合物对聚氯乙烯结晶度的影响”. 《化工进展》. 2007, 第26卷(第2期), 第249-252页.

(74)专利代理机构 西安通大专利代理有限责任公司 61200

审查员 侯尊岩

代理人 陆万寿

(51) Int. Cl.

C08J 3/14(2006.01)

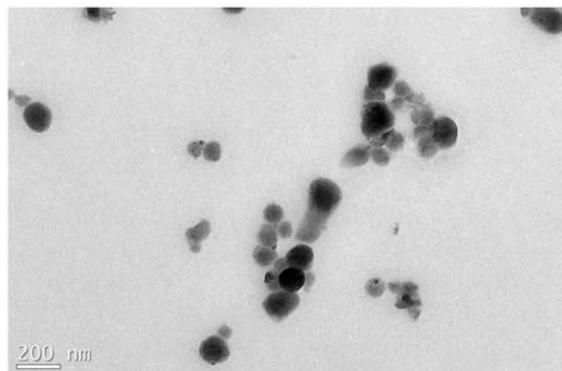
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

聚合物纳米材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开一种聚合物纳米材料的制备方法,将聚合物加入第一有机溶剂,再加入乙酰苯胺,加热搅拌至均匀,倒入蒸馏水中析出白色晶体,搅拌均匀后抽滤、烘干;把烘干的白色晶体研磨,加入第二有机溶剂后超声分散,用有机微孔滤膜进行抽滤,然后烘干得到聚合物纳米材料。本发明把聚合物和乙酰苯胺溶于有机溶剂,然后倒入蒸馏水析出白色结晶。利用乙酰苯胺在水中微溶(0.46g/100g, 20℃),在乙醇中易溶(36.9g/100g, 20℃)的特点,用乙醇去除白色结晶中的乙酰苯胺,得到聚合物纳米材料。



1. 聚合物纳米材料的制备方法,其特征在于,将聚合物加入第一有机溶剂,再加入乙酰苯胺,加热搅拌至均匀,倒入蒸馏水中析出白色晶体,搅拌均匀后抽滤、烘干;把烘干的白色晶体研磨,加入第二有机溶剂后超声分散,抽滤烘干得到聚合物纳米材料;

聚合物为聚氯乙烯、聚偏氟乙烯中一种或两种;

第一有机溶剂为四氢呋喃、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺中一种或多种;

第二有机溶剂为乙醇。

2. 根据权利要求1所述的聚合物纳米材料的制备方法,其特征在于,聚合物和乙酰苯胺的投料质量比例为1:30~1:300。

3. 根据权利要求1所述的聚合物纳米材料的制备方法,其特征在于,第一有机溶剂的体积与蒸馏水的体积比例为1:30~1:50。

4. 根据权利要求1所述的聚合物纳米材料的制备方法,其特征在于,在蒸馏水中析出的白色晶体搅拌3小时后抽滤。

## 聚合物纳米材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料制备领域,特别涉及一种聚合物纳米材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 乙酰苯胺是磺胺类药物的原料,可用作止痛剂、退热剂和防腐剂。用来制造染料中间体对硝基乙酰苯胺、对硝基苯胺和对苯二胺。聚氯乙烯、聚偏氟乙烯等一类聚合物不易破碎,熔点低,在生产过程中就产生团聚,分散性差,限制了其用途。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种聚合物纳米材料的制备方法,解决了聚合物不易破碎,熔点低,在生产过程中就产生团聚的问题。

[0004] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0005] 聚合物纳米材料的制备方法,将聚合物加入第一有机溶剂,再加入乙酰苯胺,加热搅拌至均匀,倒入蒸馏水中析出白色晶体,搅拌均匀后抽滤、烘干;把烘干的白色晶体研磨,加入第二有机溶剂后超声分散(普通的超声清洗),抽滤烘干得到聚合物纳米材料。

[0006] 进一步的,聚合物为聚氯乙烯、聚偏氟乙烯中一种或两种。

[0007] 进一步的,第一有机溶剂为四氢呋喃、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺中一种或多种。

[0008] 进一步的,聚合物和乙酰苯胺的投料质量比例为1:30~1:300。

[0009] 进一步的,第一有机溶剂的体积与蒸馏水的体积比例为1:30~1:50。

[0010] 进一步的,在蒸馏水中析出的白色晶体搅拌3小时后抽滤。

[0011] 进一步的,第二有机溶剂为乙醇、丙酮中一种或两种。

[0012] 进一步的,加热搅拌的温度为50℃~100℃。

[0013] 相对于现有技术,本发明具有如下优点:

[0014] 1. 聚合物纳米材料的制备方法简单,涉及的有机溶剂可以进一步回收,成本较低。

[0015] 2. 本发明适用性广,适用于其他溶于有机溶剂的聚合物,如聚氯乙烯,聚偏氟乙烯等。

[0016] 3. 能够大批量的制备聚合物纳米颗粒。

[0017] 4. 解决了高分子聚合物不易破碎,熔点低,在生产过程中就产生团聚的问题。

[0018] 本发明把聚合物和乙酰苯胺溶于有机溶剂,然后倒入蒸馏水析出白色结晶。利用乙酰苯胺在水中微溶(0.46g/100g, 20℃),在乙醇中易溶(36.9g/100g, 20℃)的特点,用乙醇去除白色结晶中的乙酰苯胺,得到聚合物纳米材料。目前聚合物颗粒存在不易破碎,熔点低,在制备过程中就产生团聚现象。用乙酰苯胺和聚合物共结晶的方法,来制备聚合物纳米材料的研究未见报道。

## 附图说明

[0019] 图1为实施案例1的纳米材料透射电镜图。

## 具体实施方式

[0020] 本发明把聚合物和乙酰苯胺溶于有机溶剂,然后倒入蒸馏水析出白色结晶,用乙酰苯胺和聚合物共结晶的方法,来制备聚合物纳米材料:聚合物纳米颗粒在水中结晶析出,被乙酰苯胺在水中析出的晶体隔离,制备出聚合物纳米颗粒和乙酰苯胺晶体的混合物。利用乙酰苯胺在水中微溶,在乙醇中易溶的特点,用乙醇去除白色结晶中的乙酰苯胺,得到聚合物纳米材料。

[0021] 本发明一种聚合物纳米材料的制备方法,包括以下步骤:将聚合物加入有机溶剂,再加入乙酰苯胺,加热搅拌0.5小时,倒入蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到聚合物纳米材料。

[0022] 以下对本发明作进一步的描述,工艺步骤如下:

[0023] 1.把聚合物加入有机溶剂,再加入乙酰苯胺,加热搅拌0.5小时,得到黄色透明的液体。

[0024] 2.把上述黄色透明的有机溶液倒入蒸馏水中,聚合物和乙酰苯胺失去有机溶剂后结晶,析出白色晶体,

[0025] 3.搅拌3小时释放出结晶中的残余有机溶剂,然后抽滤,50℃烘干。

[0026] 4.把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时。

[0027] 5.用有机微孔滤膜进行抽滤,50℃烘干得到产品。

[0028] 实施例1:将0.1g聚偏氟乙烯加入50mL四氢呋喃,再加入30g乙酰苯胺,加热至50℃,搅拌0.5小时,倒入1800mL蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到产品聚合物纳米材料。

[0029] 实施例2:将0.2g聚偏氟乙烯加入50mL N,N-二甲基乙酰胺,再加入30g乙酰苯胺,加热至100℃,搅拌0.5小时,倒入1800mL蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到产品聚合物纳米材料。

[0030] 实施例3:将0.5g聚偏氟乙烯加入50mL N,N-二甲基甲酰胺,再加入30g乙酰苯胺,加热至50℃,搅拌0.5小时,倒入1500mL蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到产品聚合物纳米材料。

[0031] 实施例4:将0.1g聚氯乙烯加入50mL N,N-二甲基甲酰胺,再加入30g乙酰苯胺,加热至50℃,搅拌0.5小时,倒入1800mL蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到产品聚合物纳米材料。

[0032] 实施例5:将1g聚氯乙烯和0.1g聚偏氟乙烯加入50mL四氢呋喃,再加入30g乙酰苯胺,加热至50℃,搅拌0.5小时,倒入2500mL蒸馏水中析出白色晶体,搅拌3小时后抽滤,50℃烘干。把烘干的白色晶体研磨,加入乙醇后超声分散0.5小时,抽滤烘干得到产品聚合物纳

米材料。制备该聚合物纳米颗粒的过程简单,大部分颗粒的直径明显小于100nm,分散性较好。

[0033] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他任何未背离本发明的精神实质与原理下所做的改变、修饰、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。

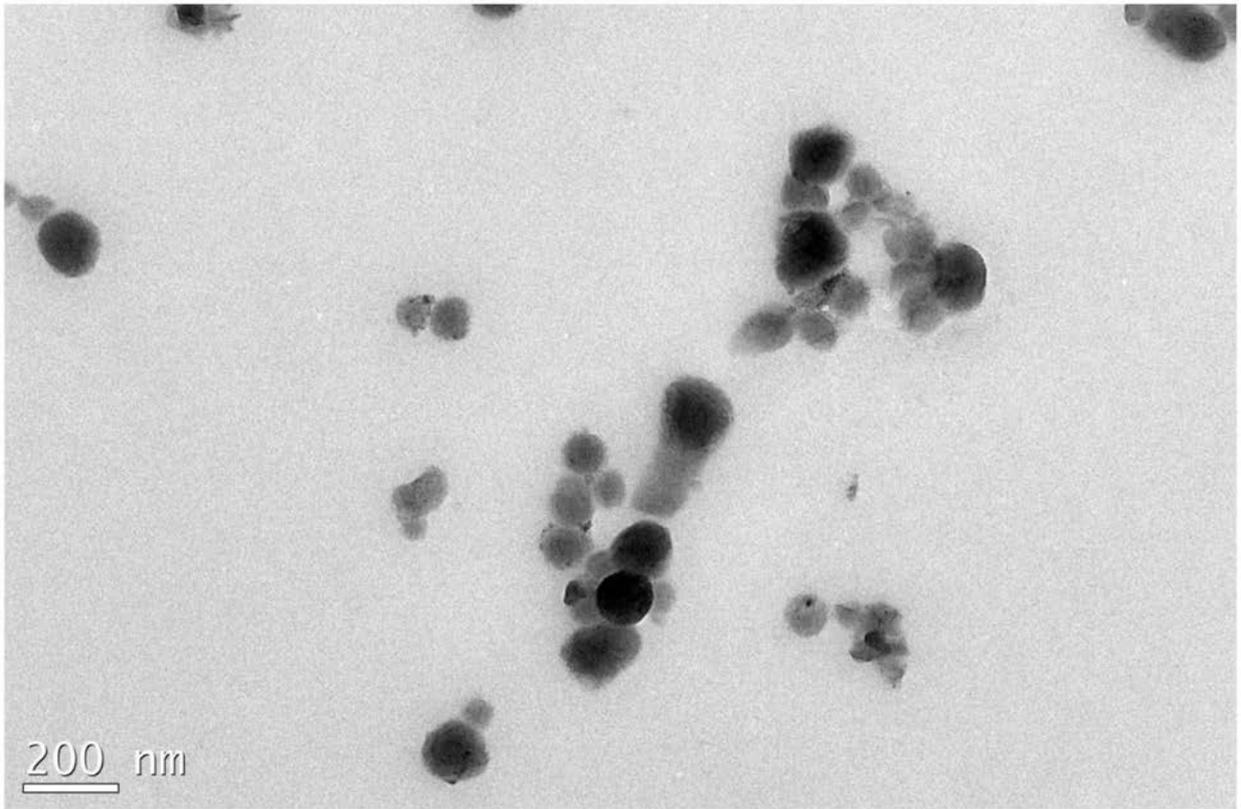


图1