



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108842209 A

(43)申请公布日 2018.11.20

---

(21)申请号 201810520372.5

(22)申请日 2018.05.28

(71)申请人 泽塔纳米科技(苏州)有限公司

地址 215131 江苏省苏州市相城区阳澄湖  
镇枪堂村启南路99号1号厂房1层

(72)发明人 兰清泉

(74)专利代理机构 北京中宇洪坤知识产权代理  
有限公司 11702

代理人 陈方舟

(51)Int.Cl.

D01F 6/36(2006.01)

D06M 10/00(2006.01)

C09K 3/32(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种纳米吸油纤维及其制备方法

(57)摘要

本申请涉及一种纳米吸油纤维及其制备方法,涉及吸油材料领域,包括以下步骤:取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和部分引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的部分引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在60-80℃下保温4-5h,得到高分子聚合物溶液,然后经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维,经微波辐射交联处理,得到具有网状结构的纳米吸油纤维。通过溶液喷射纺丝方法得到的纤维尺寸在200-600nm,纤维的吸油率为35-44g/g,且不受油种限制,可吸附多种油类,能反复使用。

1. 一种纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和部分引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的部分引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在60-80℃下保温4-5h,得到高分子聚合物溶液;所述聚合单体为苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的混合液;

(2) 将上述步骤(1)得到的高分子聚合物溶液经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维;

(3) 将步骤(2)得到的纤维进行微波辐射交联处理,得到交联改性的网状结构的纳米吸油纤维。

2. 根据权利要求1所述的纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,所述聚合单体中苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的质量百分比为:20-40:15-30:30-50:70-90。

3. 根据权利要求1或2所述的纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,所述有机溶剂为四氢呋喃、丙酮、二甲基亚砜或N,N-二甲基甲酰胺的一种或多种。

4. 根据权利要求1-3任一项所述的纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,所述高分子聚合物溶液的浓度为10-20%。

5. 根据权利要求1-4任一项所述的纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,所述恒定的环形高速气流的风压为0.1MPa-0.25MPa。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,所述纳米纤维的尺寸为200-600nm,纤维的吸油率为35-44g/g。

7. 一种经权利要求1-6任一项所述的制备方法制备得到的纳米吸油纤维。

8. 将权利要求7所述的纳米吸油纤维用于油污污染的捕集领域。

## 一种纳米吸油纤维及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本申请涉及功能材料领域,具体涉及一种纳米吸油纤维及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 吸油纤维是一种新型的功能纤维,能有效去除油污污染,帮助重新建立生态平衡。合适的吸油材料要能够保证好的吸油率,可回收重复利用。纳米纤维由于其高的比表面积,吸油速率和吸油效果远优于普通纤维,可广泛适用于海洋、河道、港湾等的油污污染的捕集,以及工厂排水中浮油的处理,养殖场、浴场油类入侵的围挡,油水分离装置的填充等领域。

[0003] 目前,存在多种吸油纤维,且多数通过静电纺丝的方法制备而成,传统的静电纺丝是在静电场的作用下完成纺丝过程,需要辅助高压设备才可以实现,且生产效率不高。基于此,本申请采用最新的溶液喷纺技术,制备得到一种高吸油量的纳米吸油纤维,生产效率得到了大大改善,同时降低了生产成本。

### 发明内容

[0004] 为解决以上技术问题,本申请提出以下技术方案:

一种纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和部分引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的部分引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在60-80℃下保温4-5h,得到高分子聚合物溶液;所述聚合单体为苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的混合液;

(2)将上述步骤(1)得到的高分子聚合物溶液经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维;

(3)将步骤(2)得到的纤维进行微波辐射交联处理,得到交联改性的网状结构的纳米吸油纤维。

[0005] 作为优选,所述聚合单体中苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的质量百分比为:20-40:15-30:30-50:70-90。

[0006] 作为优选,所述有机溶剂为四氢呋喃、丙酮、二甲基亚砜或N,N-二甲基甲酰胺的一种或多种。

[0007] 作为优选,分散剂选择为聚乙烯醇。

[0008] 作为优选,高分子聚合物溶液的浓度为10-20%。

[0009] 作为优选,所述恒定的环形高速气流的风压为0.1MPa-0.25MPa。

[0010] 作为优选,步骤(3)中微波辐射时间以1~5h为宜,其中,微波输出功率为100~240w,辐射频率为2450MHz。

[0011] 经测定,采用上述制备方法制备得到的纳米纤维的尺寸为200-600nm。纤维的吸油

率为37-44g/g。上述方法得到的纳米纤维可以广泛应用于海洋、河道、港湾等的油污污染的捕集,以及工厂排水中浮油的处理,养殖场、浴场油类入侵的围挡,油水分离装置的填充等领域。

[0012]

### 有益效果

(1)原料选用方面,苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯单体形成的共聚物具有较好吸油性能,在聚合物形成过程中,加入交联剂,利于聚合物分子形成空间网状的交联结构,且辅助以后续的微波辐射交联处理,得到进一步交联改性的网状结构的纳米吸油纤维,进一步优化了吸油效果,提高了吸油效率,纤维的耐化学腐蚀性的也得到了提高;

(2)采用溶液喷射纺丝方法,与以往制备纳米纤维常用的静电纺丝方法相比,具有很大的优势,其具有较高的生产效率,其生产效率能提高3-5倍,且生产过程安全,避免了高压带来的潜在不安全因素;且通过溶液喷射纺丝方法得到的纳米纤维的尺寸在200-600nm,具有较大的比表面积,纤维的吸油率可以高达44g/g,可以广泛应用于海洋、河道、港湾等的油污污染的捕集,以及工厂排水中浮油的处理,养殖场、浴场油类入侵的围挡,油水分离装置的填充等领域,且不受油种的限制,可吸附多种油类,同时,因为纤维具有较轻的密度,吸油后不会沉入水中,可回收反复使用。

[0013]

### 具体实施方式

[0014]下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0015] 实施例一:

一种纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和1/2的引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的1/2引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在80℃下保温4h,得到高分子聚合物溶液;所述聚合单体为苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的混合液;分散剂选择聚乙烯醇;

(2)将上述步骤(1)得到的高分子聚合物溶液经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维;

(3)将步骤(2)得到的纤维进行微波辐射交联处理,得到交联改性的网状结构的纳米吸油纤维。

[0016] 所述聚合单体中苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的质量百分比为:20:15:30:70。

[0017] 所述分散剂为聚乙烯醇。

[0018] 所述有机溶剂为四氢呋喃和二甲基亚砜的混合溶剂,其中二者含量之比为1:3。

[0019] 高分子聚合物溶液的浓度为10%。

[0020] 所述恒定的环形高速气流的风压为0.1MPa。

[0021] 步骤(3)中微波辐射时间以1h为宜,其中,微波输出功率为240w,辐射频率为2450MHz。

[0022] 经测定,采用上述制备方法制备得到的纳米纤维的尺寸为600nm,纤维的吸油率为37g/g。

[0023] 实施例二:

一种纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和2/3的引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的1/3引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在60℃下保温5h,得到高分子聚合物溶液;所述聚合单体为苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的混合液;分散剂选择聚乙烯醇;

(2)将上述步骤(1)得到的高分子聚合物溶液经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维;

(3)将步骤(2)得到的纤维进行微波辐射交联处理,得到交联改性的网状结构的纳米吸油纤维。

[0024] 所述聚合单体中苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的质量百分比为:40:30:50:90。

[0025] 所述有机溶剂为丙酮和N,N-二甲基甲酰胺的混合溶液,二者的质量百分比为2:3。

[0026] 高分子聚合物溶液的浓度为20%。

[0027] 所述恒定的环形高速气流的风压为0.25MPa。

[0028] 步骤(3)中微波辐射时间以5h为宜,其中,微波输出功率为100w,辐射频率为2450MHz。

[0029] 经测定,采用上述制备方法制备得到的纳米纤维的尺寸为200nm,纤维的吸油率为44g/g。

[0030] 实施例三

一种纳米吸油纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)取聚合单体、交联剂二乙烯基苯、引发剂偶氮二异丁腈、分散剂、有机溶剂,将聚合单体加入到有机溶剂中,并加入交联剂二乙烯基苯、分散剂和1/2的引发剂偶氮二异丁腈,缓慢升温过程中,滴加剩余的1/2引发剂偶氮二异丁腈,氮气气氛下,在70℃下保温4.5h,得到高分子聚合物溶液;所述聚合单体为苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的混合液;分散剂选择聚乙烯醇;

(2)将上述步骤(1)得到的高分子聚合物溶液经溶液喷射纺丝,纺丝液注入到纺丝泵体内,经喷丝口均匀喷出,在恒定的环形高速气流的作用下,牵伸并干燥,得到纳米吸油纤维;

(3)将步骤(2)得到的纤维进行微波辐射交联处理,得到交联改性的网状结构的纳米吸油纤维。

[0031] 所述聚合单体中苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯的质量百分比为:30:20:40:80。

[0032] 所述有机溶剂为N,N-二甲基甲酰胺。

- [0033] 高分子聚合物溶液的浓度为15%。
- [0034] 所述恒定的环形高速气流的风压为0.20MPa。
- [0035] 步骤(3)中微波辐射时间以3h为宜,其中,微波输出功率为170w,辐射频率为2450MHz。
- [0036] 经测定,采用上述制备方法制备得到的纳米纤维的尺寸为386nm,纤维的吸油率为41g/g。
- [0037] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其他相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。