

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200610173387.6

[51] Int. Cl.

C08F 220/06 (2006.01)

C08F 4/40 (2006.01)

C08F 2/38 (2006.01)

C08F 220/56 (2006.01)

[43] 公开日 2007年7月25日

[11] 公开号 CN 101003598A

[22] 申请日 2006.12.29

[21] 申请号 200610173387.6

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 白福臣 张志成 温诗渺 于力
潘振远

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 5 页

[54] 发明名称

一种有机高分子吸湿材料的制备方法

[57] 摘要

一种高吸湿材料的制备方法，属于聚丙烯酸钠吸湿树脂的生产领域，其特征在于步骤如下：将丙烯酸单体加入一定量的水，然后用碱溶液中和，再加入相应的交联剂、引发剂，然后在恒温水浴中进行聚合一定时间，然后造粒，烘干，粉碎，即得性能优良的吸湿树脂。

1. 一种高吸湿材料的制备方法，其特征在于，步骤和条件为：首先将丙烯酸水溶液用氢氧化钠溶液中和，中和度为30—90%，丙烯酸单体含量为15—40wt%；然后加入交联剂，交联剂为丙三醇、环氧氯丙烷或甲叉基双丙烯酰胺，交联剂加入量为水溶液重量的0.02~0.5%；再加入引发剂，引发剂分为氧化剂和还原剂；氧化剂为：过硫酸铵、过硫酸钠或过硫酸钾，氧化剂用量为水溶液重量的0.01~1.0%；还原剂为：亚硫酸钠、硫代硫酸钠、偏重亚硫酸钠或偏重亚硫酸钾，还原剂用量为水溶液重量的0.005~0.5%，得到混合液；将配制好的混合液放入反应器，然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为40~70℃，聚合反应2~5h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。

一种有机高分子吸湿材料的制备方法

技术领域

本发明属于吸湿材料领域，具体涉及一种有机高分子吸湿材料的制备方法。

背景技术

空气湿度是一个于人们生活和生产有密切关系的重要环境参数，湿度对人体舒适度、产品生产过程、产品质量和产品保存期都有重要意义。因此，空气除湿已经是普遍存在的问题，随着生产的发展和水平的提高，空气除湿已经发展并形成一门新的技术。

传统的吸湿材料多为氯化锂、硅胶、分子筛和氧化铝等无机材料，这类材料吸湿容量低。为了提高吸湿性能，“多微孔活性硅胶吸附特性及其对吸附式除湿轮性能的影响”（丁静等，化学工程，1998，6：11~13）文中利用溶胶—凝胶法在陶瓷薄片上制备了多孔活性硅胶薄膜，平衡吸附量比硅胶略有提高；“从鱿鱼软骨提取 β 甲壳质及其结构表征及应用性能”（周莉等，精细化工，2003，1：8~10）文中采用海洋生物鱿鱼软骨作为原料，得到 β 甲壳质，在相对湿度为93%时，其最大吸湿率可达到35.13%，高于硅胶32.74%；“魔芋飞粉异味成分的去处及魔芋干燥剂的研制”（胡敏等，精细化工，2000，6：339~342）文中将魔芋粉去处异味后制备干燥剂，其吸水容量为普通干燥剂的2~5倍；在中国专利CN1301319A中，详细叙述了交联的丙烯酸系吸湿性纤维的性能及制备方法，在20℃、相对湿度65%时，其饱和吸湿率可达25~50%；另外，在特开平2-91271号公报和特开平5-132858号公告中都涉及到丙烯酸纤维的吸湿放湿性能，提出利用脒交联处理丙烯酸系纤维之后，再利用碱金属氢氧化物水解残存于该纤维中的脒基，转换成羧基或羧基金属盐，由此制成具有吸湿放湿性的交联丙烯酸系纤维。但用聚丙烯酸盐类树脂来制备有机高分子吸湿性材料，国内还未见报道。

发明内容

本发明提供一种有机高分子吸湿材料的制备方法。以丙烯酸钠为聚合单体，采用水溶液恒温聚合方法。

其步骤和条件如下：首先将丙烯酸水溶液用氢氧化钠溶液中和，中和度为30—90%，丙烯酸单体含量为15—40wt%；然后加入交联剂，交联剂为丙三醇、环氧氯丙烷或甲叉基双丙烯酰胺，交联剂加入量为水溶液重量的0.02~0.5%；再加入引发剂，引发剂分为氧化剂和还原剂；氧化剂为：过硫酸铵、过硫酸钠或过硫酸钾，氧化剂用量为水溶液重量的0.01~1.0%；还原剂为：亚硫酸钠、硫代硫酸钠、偏重亚硫酸钠或偏重亚硫酸钾，还原剂用量为水溶液重量的0.005~0.5%，得到混合液；将配制好的混合液放入反应器，然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为40~70℃，聚合反应2~5h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。

所得一种有机高分子吸湿材料在30℃，相对湿度90%时，其吸湿容量>200%，吸湿速率>2.5 g/g.min。

吸湿速度测试方法

将10g待测样品在120℃中恒重。然后称重精确到0.01g（称重速度要快，尽量减少暴露空气中的时间）。将样品装入无纺布袋中悬挂于带有空气搅拌、相对湿度为90%的恒温恒湿箱中，温度为30℃，30分钟后，将袋取出称重。按下式计算吸湿速度：

$$N = \frac{Q - W}{W * 30}$$

式中：

N—吸湿速度（g/g.min），

Q—样品吸湿后重（g），

W—样品吸湿前重（g），

30—时间为30分钟（min）。

吸湿容量测试方法

将10g待测样品在120℃中恒重。然后称重精确到0.01g（称重速度要快，尽量减少暴露空气中的时间）。将样品装入无纺布袋中悬挂于带有空

气搅拌、相对湿度为 90%的恒温恒湿箱中，温度为 30℃，直到 1 小时间隔的两次连续称重相差不超过 5mg，将袋取出称重。按下式计算吸湿速度：

$$M = \frac{G}{W} \times 100\%$$

式中：

M——吸湿容量（%），

G——样品吸湿后增加的重量（g），

W——样品吸湿前的重量（g）。

具体实施方式：

实施例 1

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 189.5g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 40g，加入 0.5g 交联剂丙三醇；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸钾，加入量为 0.05g；还原剂为亚硫酸氢钠，加入量为 0.2g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 70℃，聚合反应 4h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料在 30℃，相对湿度 90%时（以下实施例都在此条件下测试），吸湿速率为 2.8 g/g.min，吸湿容量为 220%。

实施例 2

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 80g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 166.5g，加入 0.2g 交联甲叉基双丙烯酰胺；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸铵，加入量为 0.5g；还原剂为偏重亚硫酸钠，加入量为 0.2g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 40℃，聚合反应 2h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料吸湿速率为 2.7 g/g.min，吸湿容量为 210%。

实施例 3

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 408.66g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 150g，加入 0.6g 交联甲叉基双丙烯酰胺；再加入氧化—还原引发剂，

氧化剂为过硫酸钠，加入量为 0.9g；还原剂为亚硫酸钠，加入量为 0.8g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 70℃，聚合反应 5h；然后造粒，烘干，粉碎，得最终产品。。所得高吸湿树脂吸湿速率为 2.9 g/g.min，吸湿容量为 234%。

实施例 4

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 19.2g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 130g，加入 0.5g 交联剂环氧氯丙烷；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸铵，加入量为 0.2g；还原剂为偏重亚硫酸钾，加入量为 0.015g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 60℃，聚合反应 3h；然后造粒，烘干，粉碎，得最终产品。。所得高吸湿树脂吸湿速率为 2.6 g/g.min，吸湿容量为 218%。

实施例 5

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 53.4g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 130g，加入 1.5g 交联甲叉基双丙烯酰胺；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸铵，加入量为 0.1g；还原剂为硫代硫酸钠，加入量为 0.015g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 60℃，聚合反应 5h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料吸湿速率为 2.8 g/g.min，吸湿容量为 221%。

实施例 6

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 149.68g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 140g，加入 0.0145g 交联甲叉环氧氯丙烷；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸钾，加入量为 0.1g；还原剂为亚硫酸钠，加入量为 0.2g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 45℃，聚合反应 5.5h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料吸湿速率为 2.6 g/g.min，吸湿容量为 224%。

实施例 7

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 60.5g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 145g，加入 0.2g 交联甲叉基双丙烯酰胺；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸钠，加入量为 0.034g；还原剂为亚硫酸钠，加入量为 0.3g；

然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 55℃，聚合反应 6h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料吸湿速率为 2.9 g/g.min，吸湿容量为 231%。

实施例 8

取 100g 丙烯酸，然后加入蒸馏水 140.65g，搅拌下加入 30%氢氧化钠溶液 155g，加入 0.2g 交联甲叉基双丙烯酰胺；再加入氧化—还原引发剂，氧化剂为过硫酸钾，加入量为 0.4g；还原剂为亚硫酸钠，加入量为 0.15g；然后在恒温水浴中进行聚合，水浴温度为 50℃，聚合反应 3h；然后造粒，烘干，粉碎，得到一种有机高分子吸湿材料。所得一种有机高分子吸湿材料吸湿速率为 2.7 g/g.min，吸湿容量为 226%。