

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C08J 5/24
C08F 14/06

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98122347.8

[43]公开日 2000年5月24日

[11]公开号 CN 1253964A

[22]申请日 1998.11.13 [21]申请号 98122347.8
[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159号
[72]发明人 汪炳武 石威 任红星
吴明嘉 胡涛

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
代理人 曹桂珍

权利要求书1页 说明书3页 附图页数0页

[54]发明名称 聚氯乙烯-尼龙6分离材料的制备方法

[57]摘要

本发明提供一种聚氯乙烯-尼龙6分离材料的制备方法,该方法将聚氯乙烯-尼龙6树脂在酸性溶液中进行快速水解后,将所得白色固体压碎、过滤、洗涤至中性pH5~6,得到PVC-尼龙6树脂粗产品,再经烘干、粉碎、过筛得到 $\Phi 420-177\mu\text{m}$ 的颗粒。该分离材料对金属络阴离子吸附容量大,平衡速度快,有良好的使用价值。本发明制备方法简单,费用低,产品质量好。

ISSN 1000-8-4274

专利文献出版社出版

权利要求书

1. 一种聚氯乙烯-尼龙 6 分离材料的制备方法, 其特征在于采用市售尼龙 6, 加热, 溶于乙酸或甲酸、乙酸混合液 (体积比) 1-2: 9-8 中, 再加入聚氯乙烯微球, 搅拌, 将此混合物放入水中进行快速水解, 静置, 将析出的白色固体压碎, 过滤、洗涤得到聚氯乙烯-尼龙 6 树脂的粗制品, 再经烘干、粉碎、过筛收集 Φ 420-177 μ m 的颗粒得到聚氯乙烯尼龙 6 树脂。

2. 如权利要求 1 所述的聚氯乙烯-尼龙 6 分离材料的制备方法, 其特征在于将市售尼龙 6 加热, 温度为 85-100 °C.

3. 如权利要求 1 所述的聚氯乙烯-尼龙 6 分离材料的制备方法, 其特征在于混合物放入室温-50°C 的水中水解。

4. 如权利要求 1 所述的聚氯乙烯-尼龙 6 分离材料的制备方法, 其特征在于将水解后析出的白色固体洗涤至中性 PH5-6.

5. 如权利要求 1 所述的聚氯乙烯-尼龙 6 分离材料的制备方法, 其特征在于聚氯乙烯-尼龙 6 树脂的粗制品烘干温度为 70-75°C, 烘干时间为 36-48 小时。

说明书

聚氯乙烯—尼龙 6 分离材料的制备方法

本发明属于聚氯乙烯—尼龙 6 分离材料的制备方法。

尼龙 6 树脂在 70—80 年代前,已被用于酚类化合物的分离。90 年代初,这一树脂又被用于金的分离富集,并获得良好的效果。单一的尼龙 6 树脂其机械性能较差,降低了它的使用价值。将尼龙 6 加热至玻璃化温度(约 130° C)后,尼龙 6 即失去化学活性。但将尼龙 6 水解后,由于分子断裂,其相应功能基团即可活化,形成一种具有树脂性质的分离材料。如果能将尼龙 6 树脂涂布于一刚性微球上,则对提高树脂性能将会产生积极影响。

本发明的目的是提供一种聚氯乙烯—尼龙 6 分离材料的制备方法,该方法将尼龙 6 溶液进行快速水解后,再与聚氯乙烯(PVC)微球充分混合后,使水解后的尼龙 6 附着于 PVC 微球的表面。从而制成 PVC—尼龙 6 树脂。此种新型树脂具有良好的分析性能。它对多种无机络阴离子具有快速吸附和洗脱效能。

本发明的目的是这样实现的:

将 100g 市售粒状尼龙 6 于 85—100° C 加热,溶于 500-ml 乙酸或甲、乙酸混合液(体积比)1—2: 9—8 中,再加入 200—300g PVC 微球, ϕ 177 μ m,充分搅拌混匀 5-10 分钟。将此混合物放在盛有室温—50° C, 1700—2000ml 水的容器中,进行快速水解,静置 10 分钟,将析出的白色固体压碎,过滤、洗涤至接近中性 pH5—6,得到 PVC—尼龙 6 树脂的粗制品。经 70—75° C 烘干 36—48 小时,粉碎,过筛,收集 ϕ 420—177 μ m 的颗

粒，即得 PVC-尼龙 6 树脂。以金(Au^{3+})为例，它的吸附容量可高达 1.4mmol/g，而一般树脂仅为 0.5mmol/g 或更低。PVC-尼龙 6 树脂在酸性条件下对多种络阴离子有较强的吸附能力。由于树脂对被吸附离子的内阻小，平衡速度快，因而具有很高的应用效果。当柱内装入 2.0gPVC-尼龙 6 树脂，树脂层高 5-6cm，当流速达 100ml/min 时， Au^{3+} 仍能被定量吸附。作为一种分离材料，使用 PVC-尼龙 6 树脂分离富集后，可与多种分析方法（分光光度法，原子吸收法，ICP-AES 法等）联用。提高它们测量的灵敏度和准确度。

本发明制备方法简单，费用较低，所得产品质量好。制得的 PVC-尼龙 6 树脂对金属络阴离子吸附容量大，平衡速度快，有良好的使用价值。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：

将 100g 市售颗粒装尼龙 6 加热 100° C 溶于 500ml 乙酸中，再加入 200gPVC 微球充分搅拌混匀 5 分钟。将此混合物转移到一个 2000ml 烧杯中，在不断搅拌的条件下分批加入 1700ml 水。将所得固体物质过滤洗涤，得粗制的 PVC-尼龙 6 树脂。烘干 36 小时，粉碎和过筛，收集 ϕ 420-177 μ m 颗粒，即得 PVC-尼龙 6 树脂的制成品。

实施例 2：

将 100g 市售颗粒装尼龙 6 加热 90° C 溶于 500ml 甲酸和乙酸的混酸 1:9 中，加热温度保持在 $90 \pm 2^\circ$ C，搅拌以加速尼龙 6 的溶解。尼龙 6 完全溶解后，加入 200gPVC 微球充分搅拌混匀。将此混合物倾入一个盛有 2000ml 水的塑料盆内，静置 10 分钟，再将析出的白色固体压碎，过滤和洗涤，

洗涤至 pH6，在 70° C 烘干 44 小时。然后粉碎过筛，即得 PVC—尼龙 6 树脂的制成品。

实施例 3:

将 100g 市售颗粒装尼龙 6 加热 85° C 溶于 500ml 甲酸和乙酸的混酸 2:8 中，加热温度保持在 85±2° C，待尼龙 6 完全溶解后，加入 300gPVC 微球，充分搅拌混匀。将此混合物倾入一个盛有 2000ml 温水 40° C 的搪瓷盆内，静置 10 分钟，将析出的白色固体压碎，过滤和洗涤，在 75° C 烘干 48 小时。然后粉碎过筛，即得 PVC—尼龙 6 树脂的制成品。

实施例 4:

将 100g 市售颗粒装尼龙 6 放入 1000ml 烧杯中，加入 400ml 乙酸和 100ml 甲酸，置烘箱内加热 85±1° C，并经常搅拌，待尼龙 6 完全溶解后，加入 200gPVC 微球 $\phi 177 \mu m$ 充分搅拌混匀 5 分钟。将此粘稠状液体分散加至盛有 2000ml 水的搪瓷盆内，静置 10 分钟，再将析出的白色物质压碎，过滤用水洗涤至滤液接近中性 pH5。将所得白色固体置 75° C 烘箱内干燥 36—48 小时。将干燥后的物质用小型粉碎机粉碎。过筛孔 $\phi 420-177 \mu m$ 的筛，收集中间这段产品，即得 PVC—尼龙 6 树脂的制成品。