

《精细化工开发与设计》——专利撰写专题讲座

专 利 撰 写

辅 导



主 讲：张宝亮

西北工业大学化学与化工学院

2020.04.13

撰写专利的要点

准

注意注意！
划重点了！



专利的撰写主要依靠模板

(19)中华人民共和国国家知识产权局



(12)发明专利申请



(10)申请公布号 CN 107744802 A

(43)申请公布日 2018. 03. 02

(21)申请号 201711041355.5
(22)申请日 2017.10.30
(71)申请人 西北工业大学
地址 710072 陕西省西安市友谊西路127号
(72)发明人 张宝亮 陈俊杰 呼延钰 张秋禹
张和鹏 王继启
(74)专利代理机构 西北工业大学专利中心
61204
代理人 王鲜凯

(51) Int. Cl.
B01J 20/28(2006.01)
B01J 20/20(2006.01)
B01J 20/10(2006.01)
B01J 20/30(2006.01)

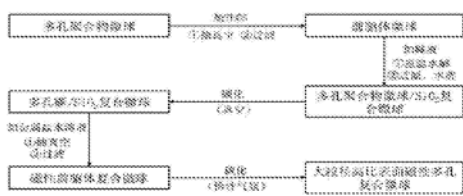
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,包括如下步骤:真空灌注正硅酸乙酯、水解、碳化、金属离子浸渍、再碳化。微球主要成分为碳、SiO₂、磁性粒子。碳化过程带来丰富的孔道和高的比表面积, SiO₂在骨架中增加了微球的强度,磁性粒子增加了微球的功能性。制备的多孔复合微球粒径、孔性能、强度等均可以在较大范围内实现调控,依赖于模板微球的性能,而模板微球来源于市售大孔树脂,品种丰富、廉价易得,同时基于大粒径高比表面磁性多孔复合微球材料制备过程易于工业化实现,因此,该材料具有很高的商业化前景和吸附分离应用价值。



专利的撰写主要依靠模板

CN 107744802 A

权 利 要 求 书

1/1 页

1. 一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于步骤如下:

步骤1:将多孔聚合物微球,置于反应瓶中,再向其中加入正硅酸乙酯直至液位超过多孔聚合物微球;

步骤2:对反应瓶抽真空,直至正硅酸乙酯中无气体溢出,过滤得到前驱体微球;

步骤3:将前驱体微球转移至三口瓶中,加入碱液,搅拌条件下室温反应30-60min,过滤、水洗得到多孔聚合物微球/SiO₂复合微球;其中前驱体微球与碱液的体积比不高于1:5,碱液pH值不低于10;

步骤4:将多孔聚合物微球/SiO₂复合微球在真空管式炉中煅烧,温度为500-700℃,煅烧时间为5-8h,冷却得到多孔碳/SiO₂复合微球;

步骤5:将多孔碳/SiO₂复合微球置于反应瓶中,并向其中加入金属盐水溶液直至液位没过多孔碳/SiO₂复合微球;其中金属盐水溶液的质量浓度不低于10%;

步骤6:对反应瓶抽真空,直至金属盐水溶液中无气体溢出,过滤得到磁性前驱体复合微球;

步骤7:将磁性前驱体复合微球在惰性气氛下煅烧,温度为500-700℃,煅烧时间为3-5h,冷却即得到大粒径高比表面磁性多孔复合微球。

2. 根据权利要求1所述大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于:所述多孔聚合物微球是交联苯乙烯类、丙烯酸酯类或丙烯腈类多孔聚合物微球。

3. 根据权利要求1或2所述大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于:所述多孔聚合物微球平均孔径大于20nm,孔隙率不低于45%。

4. 根据权利要求1所述大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于:所述碱液是氨水、氢氧化钠或者氢氧化钾的水溶液。

5. 根据权利要求1所述大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于:所述金属盐是铁、钴、镍的盐酸盐、硝酸盐、硫酸盐中的一种或几种的任意比混合。

专利的撰写主要依靠模板

CN 107744802 A

说明书

1/4 页

一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于多孔材料领域,涉及一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法。

背景技术

[0002] 多孔碳材料以其丰富的孔道和高的比表面积而备受吸附分离领域学者及工程应用的青睐,以高含碳量前体,通过惰性条件下的高温热处理过程制备多孔碳材料是目前最广泛采用的方法,热处理手段可以是水热或溶剂热,也可以是真空或惰性气体下煅烧。由于多孔碳材料的高吸附性,以及磁性材料在外场条件下易于分离的特点,磁性多孔碳材料成为多孔碳材料领域的研究热点。

[0003] 目前,已见报道的磁性多孔碳材料包括无规磁性多孔碳粉末、磁性多孔碳微球、磁性碳纳米管、加工成型的磁性多孔碳材料等。其中,磁性多孔碳微球以其规整的形貌在应用中表现出较强的优势,已开发出的制备方法也很多,包括表面活性剂存在下溶剂热法在磁性颗粒表面进行有孔碳层的包被,磁性多孔/无孔聚合物微球的碳化等。以磁性复合微球前体碳化制备磁性多孔碳球最具商业及工程价值,但存在微球强度不高的问题。

专利的撰写主要依靠模板

发明内容

[0004] 要解决的技术问题

[0005] 为了避免现有技术的不足之处,本发明提出一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,以市场普遍销售的多孔聚合物微球为前驱体,通过真空灌注正硅酸乙酯、水解、碳化、金属离子浸渍、再碳化过程,制备得到了一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球。该微球主要成分为碳、 SiO_2 、磁性粒子,碳化过程带来丰富的孔道和高的比表面积, SiO_2 在骨架中增加了微球的强度,磁性粒子增加了微球的使用性。同时,该方法易于实现工业化,具有较大应用前景。

[0006] 技术方案

[0007] 一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,其特征在于步骤如下:

[0008] 步骤1:将多孔聚合物微球,置于反应瓶中,再向其中加入正硅酸乙酯直至液位超过多孔聚合物微球;

[0009] 步骤2:对反应瓶抽真空,直至正硅酸乙酯中无气体溢出,过滤得到前驱体微球;

[0010] 步骤3:将前驱体微球转移至三口瓶中,加入碱液,搅拌条件下室温反应30-60min,过滤、水洗得到多孔聚合物微球/ SiO_2 复合微球;其中前驱体微球与碱液的体积比不高于1:5,碱液pH值不低于10;

[0011] 步骤4:将多孔聚合物微球/ SiO_2 复合微球在真空管式炉中煅烧,温度为500-700℃,煅烧时间为5-8h,冷却得到多孔碳/ SiO_2 复合微球;

[0012] 步骤5:将多孔碳/ SiO_2 复合微球置于反应瓶中,并向其中加入金属盐水溶液直至液位没过多孔碳/ SiO_2 复合微球;其中金属盐水溶液的质量浓度不低于10%;

专利的撰写主要依靠模板

CN 107744802 A

说明书

2/4 页

[0013] 步骤6:对反应瓶抽真空,直至金属盐水溶液中无气体溢出,过滤得到磁性前驱体复合微球;

[0014] 步骤7:将磁性前驱体复合微球在惰性气氛下煅烧,温度为500-700℃,煅烧时间为3-5h,冷却即得到大粒径高比表面磁性多孔复合微球。

[0015] 所述多孔聚合物微球是交联苯乙烯类、丙烯酸酯类或丙烯腈类多孔聚合物微球。

[0016] 所述多孔聚合物微球平均孔径大于20nm,孔隙率不低于45%。

[0017] 所述碱液是氨水、氢氧化钠或者氢氧化钾的水溶液。

[0018] 所述金属盐是铁、钴、镍的盐酸盐、硝酸盐、硫酸盐中的一种或几种的任意比混合。

[0019] 有益效果

[0020] 本发明提出的一种大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备方法,包括如下步骤:真空灌注正硅酸乙酯、水解、碳化、金属离子浸渍、再碳化。微球主要成分为碳、SiO₂、磁性粒子。碳化过程带来丰富的孔道和高的比表面积, SiO₂在骨架中增加了微球的强度,磁性粒子增加了微球的功能性。制备的多孔复合微球粒径、孔性能、强度等均可以在较大范围内实现调控,依赖于模板微球的性能,而模板微球来源于市售大孔树脂,品种丰富、廉价易得,同时基于大粒径高比表面磁性多孔复合微球材料制备过程易于工业化实现,因此,该材料具有很高的商业化前景和吸附分离应用价值。

专利的撰写主要依靠模板

附图说明

- [0021] 图1是大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备工艺流程图
- [0022] 图2是大粒径高比表面磁性多孔复合微球(C/Fe₃O₄/SiO₂)的数码照片
- [0023] 图3是大粒径高比表面磁性多孔复合微球(C/Fe₃O₄/SiO₂)的BET曲线(A)和孔径分布曲线(B)
- [0024] 图4是大粒径高比表面磁性多孔复合微球(C/Fe₃O₄/SiO₂)的磁响应性曲线

具体实施方式

- [0025] 现结合实施例、附图对本发明作进一步描述：
- [0026] 实施例1：大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备
- [0027] 取一定量的多孔聚苯乙烯微球，置于反应瓶中，再向其中加入正硅酸乙酯直至液位超过多孔聚苯乙烯微球；对反应瓶抽真空，直至正硅酸乙酯中无气体溢出，过滤得到前驱体微球；将得到的前驱体微球转移至三口瓶中，加入氨水，搅拌条件下室温反应60min，过滤、水洗得到多孔聚苯乙烯微球/SiO₂复合微球；其中前驱体微球与氨水的体积比为1:5，氨水pH值为10；将得到的多孔聚苯乙烯微球/SiO₂复合微球在真空管式炉中煅烧，温度为700℃，煅烧时间为5h，冷却得到多孔碳/SiO₂复合微球；将得到的多孔碳/SiO₂复合微球置于反应瓶中，并向其中加入FeCl₃水溶液直至液位没过多孔碳/SiO₂复合微球；其中FeCl₃水溶液的质量浓度为15%；对反应瓶抽真空，直至FeCl₃水溶液中无气体溢出，过滤得到磁性前驱体复合微球；将得到的磁性前驱体复合微球在惰性气氛下煅烧，温度为700℃，煅烧时间为3h，冷却即得到大粒径高比表面磁性多孔复合微球；
- [0028] 实施例2：大粒径高比表面磁性多孔复合微球的制备
- [0029] 取一定量的多孔聚丙烯腈微球，置于反应瓶中，再向其中加入正硅酸乙酯直至液

专利的撰写主要依靠模板

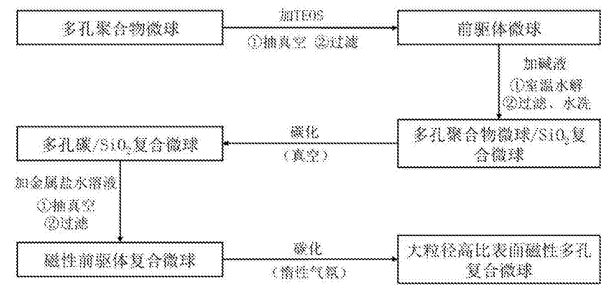


图1

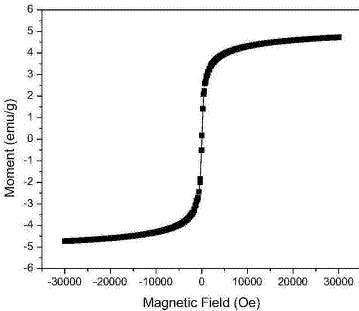


图4

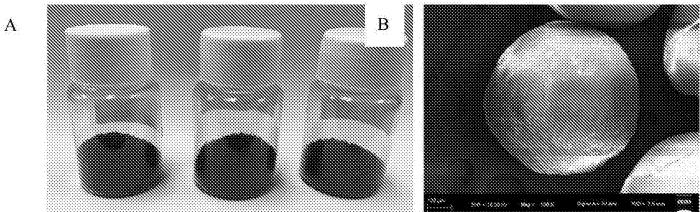


图2

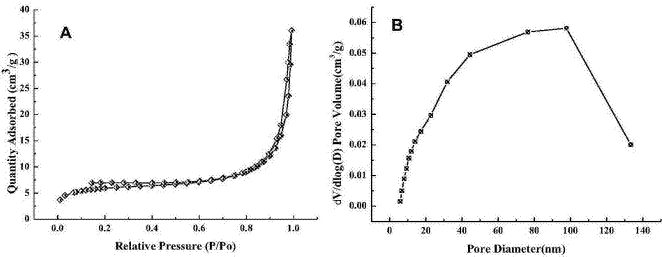


图3

权利要求书

实验步骤：

称取1.00 g的1,4-对二氯苜，将其溶解在5 mL的1,2-二氯甲烷中，完全溶解后将溶液加入到盛有50 mL硅油的三口瓶内，开启搅拌，搅拌30 min后，加入3 mL溶有0.45 g无水三氯化铁的1,2-二氯甲烷溶液，将体系温度设定为80 ℃，保温持续反应6 h，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体，用甲醇对其清洗直至抽滤时洗液无明显色，将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用甲醇对其进行索氏提取，70 ℃下提取24 h，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

分解步骤：

- (1) 称取1.00 g的1,4-对二氯苜，将其溶解在5 mL的1,2-二氯甲烷中；
- (2) 完全溶解后将溶液加入到盛有50 mL硅油的三口瓶内，开启搅拌，搅拌30 min后；
- (3) 加入3 mL溶有0.45 g无水三氯化铁的1,2-二氯甲烷溶液；
- (4) 将体系温度设定为80 °C，保温持续反应6 h，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5) 用甲醇对其清洗直至抽滤时洗液无明显色；
- (6) 将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用甲醇对其进行索氏提取，70 °C下提取24 h，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

整理步骤：



明确物质

- (1)称取1.00 g的1,4-对二氯苳，将其溶解在5 mL的1,2-二氯甲烷中，得到溶液A；
- (2)将溶液A加入到盛有50 mL硅油的三口瓶内，开启搅拌；
- (3)搅拌30 min后，向其中加入3 mL溶有0.45 g无水三氯化铁的1,2-二氯甲烷溶液；
- (4)将体系温度设定为80 ℃，保温持续反应6 h，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5)将得到的黑褐色固体用甲醇进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6)将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用甲醇对其进行索氏提取，70 ℃下提取24 h，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定参数（一）：



确定变量

- (1)称取**1.00 g**的**1,4-对二氯苳**，将其溶解在**5 mL**的**1,2-二氯甲烷**中，得到溶液A；
- (2)将溶液A加入到盛有**50 mL****硅油**的三口瓶内，开启搅拌；
- (3)搅拌**30 min**后，向其中加入**3 mL**溶有**0.45 g**无水三氯化铁的**1,2-二氯甲烷**溶液；
- (4)将体系温度设定为**80 °C**，保温持续反应**6 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5)将得到的黑褐色固体用**甲醇**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6)将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**甲醇**对其进行索氏提取，**70 °C**下提取**24 h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定参数（二）：

统一单位

- (1) 称取**1,4-对二氯苳**，将其溶解在**1,2-二氯甲烷**中，得到溶液A。其中**1,4-对二氯苳**浓度为 mol/L ；
- (2) 将溶液A加入到盛有**硅油**的三口瓶内，开启搅拌。其中溶液A与硅油的体积比为；
- (3) 搅拌**30 min**后，向其中加入溶有**无水三氯化铁**的**1,2-二氯甲烷**溶液。其中**无水三氯化铁**与**1,4-对二氯苳**的物质的量比为，无水三氯化铁的浓度为 mol/L ；
- (4) 将体系温度设定为**80 °C**，保温持续反应**6 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5) 将得到的黑褐色固体用**甲醇**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6) 将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**甲醇**对其进行索氏提取，**70 °C**下提取**24 h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定参数（四）：

确定比例

- (1)称取**1,4-对二氯苄**，将其溶解在**1,2-二氯甲烷**中，得到溶液A。其中**1,4-对二氯苄**浓度为**1 mol/L**；
- (2)将溶液A加入到盛有**硅油**的三口瓶内，开启搅拌。其中溶液A与硅油的体积比为**1:10**；
- (3)搅拌**30 min**后，向其中加入溶有**无水三氯化铁**的**1,2-二氯甲烷**溶液。其中**无水三氯化铁**与**1,4-对二氯苄**的物质的量比为**1 : 2**，无水三氯化铁的浓度为**2 mol/L**；
- (4)将体系温度设定为**80 °C**，保温持续反应**6 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5)将得到的黑褐色固体用**甲醇**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6)将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**甲醇**对其进行索氏提取，**70 °C**下提取**24 h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定参数（五）：

隐去变量

- (1)称取**单体**，将其溶解在**溶剂I**中，得到溶液A。其中**单体浓度为1 mol/L**；
- (2)将溶液A加入到盛有**硅油**的三口瓶内，开启搅拌。其中**溶液A与硅油的体积比为1:10**；
- (3)搅拌**30 min**后，向其中加入溶有**催化剂**的**溶剂II**。其中**催化剂与单体的物质的量比为1：2**，**催化剂的浓度为2 mol/L**；
- (4)将体系温度设定为**80 ℃**，保温持续反应**6 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5)将得到的黑褐色固体用**溶剂III**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6)将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**溶剂IV**对其进行索氏提取，**在溶剂IV沸点之上温度**下提取**24 h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定参数（六）：

划定范围

- (1)称取**单体**，将其溶解在**溶剂I**中，得到溶液A。其中**单体浓度为1-2 mol/L**；
- (2)将溶液A加入到盛有**硅油**的三口瓶内，开启搅拌。其中**溶液A与硅油的体积比为1:10**；
- (3)搅拌**10-30 min**后，向其中加入溶有**催化剂**的**溶剂II**。其中**催化剂与单体的物质的量比为1：2，催化剂的浓度为1-2 mol/L**；
- (4)将体系温度设定为**75-85 ℃**，保温持续反应**6-18 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- (5)将得到的黑褐色固体用**溶剂III**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，得到红褐色固体；
- (6)将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**溶剂IV**对其进行索氏提取，**在溶剂IV沸点之上温度**下提取**12-24 h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

权利要求书

设定变量：

单体：1,4-对二氯苳及其衍生物、对苯二甲醇及其衍生物、

溶剂I：1,2-二氯甲烷、正己烷、环己烷

硅油：粘度(25 °C，cps)大于1000的甲基硅油、乙基硅油、甲基含氢硅油、
甲基苯基硅油、甲基羟基硅油、乙基含氢硅油

催化剂：无水三氯化铁、无水三氯化铝

溶剂II：甲醇、乙醇

溶剂III：甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、氯仿

权利要求书

一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法

1. 一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于步骤如下：

步骤1：称取单体，将其溶解在溶剂I中，得到溶液A。其中单体浓度为1~2 mol/L；

步骤2：将溶液A加入到盛有硅油的三口瓶内，开启搅拌。其中溶液A与硅油的体积比为1：8~15；

步骤3：搅拌10~30 min后，向其中加入溶有催化剂的溶剂I。其中催化剂与单体的物质的量比为1：1~2，催化剂的浓度为1~2 mol/L；

步骤4：将体系温度设定为75~85℃，保温持续反应6~18 h，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；

步骤5：将得到的黑褐色固体用溶剂II进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，再用水清洗3~5遍，得到红褐色固体；

步骤6：将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用溶剂III对其进行索氏提取，提取12~24 h后，经真空干燥即得**具有微孔结构超高比表面树脂球**。

权利要求书

一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法

2. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述单体可以是1,4-对二氯苳及其衍生物、对苯二甲醇及其衍生物中的一种。
3. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述溶剂I可以是1,2-二氯乙烷、氯仿、环己烷中的一种。
4. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述硅油可以是粘度(25 °C, cps)大于1000的甲基硅油、乙基硅油、甲基含氢硅油、甲基苯基硅油、甲基羟基硅油、乙基含氢硅油中的一种。
5. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述催化剂可以是无水三氯化铁、无水三氯化铝中的一种。
6. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述溶剂II可以是甲醇、乙醇中的一种。
7. 根据权利要求1所述的一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，其特征在于：所述溶剂III可以是甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、氯仿中的一种。

摘 要

一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法

专利是什么

本发明涉及一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法，

材料本质

所制备的树脂球以苯基化合物为基体，表现为高交联结构。本

制备方法

发明采用无稳定剂存在下的一步悬浮法制备得到具有微孔结构

材料方法的特点

的高比表面树脂球，制得的树脂球比表面积高，具有梯度孔道

分布结构，且方法简单、易于工业化，该类树脂球在环境、食

潜在应用

品、制药、化工等涉及吸附分离的行业具重要的应用价值。

说明书正文

一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法

技术领域

本发明涉及吸附分离材料领域，具体是一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法。

说明书正文

背景技术

多孔聚合物微球作为重要的吸附分离材料，在化工、生物医药及水处理领域有着广泛的应用。决定其使用性能的关键包括如下两个：一是比表面积，直接影响材料的吸附量；二是孔径分布，其主要对传质速度产生影响，进而影响吸附效果。比表面积方面，高的比表面积有利于吸附量的提高，目前具有1000 m²/g以上比表面积的超高比表面积材料的研究主要集中在活性炭（ZL201110382339.9、ZL201210455610.1）、有机金属骨架（ZL200480034680.3、ZL200580002383.5）方面，鲜少见到关于超高比表面积多孔聚合物微球制备的报道，两步法的后交联技术被主要用于该类材料的合成，ZL201210086596.2和ZL201310113977.X分别报道了悬浮法后交联与乳液法后交联制备超高比表面积多孔聚合物微球。孔道方面，由于比表面积与孔径存在相互制约关系，即孔径越小比表面积越大，因此，上述超高比表面积材料平均孔径都很小（一般小于3 nm），如此小的孔径在使用过程中极大的限制了传质速度，使得并不是所有的表面都是有效表面，一定程度降低了超高比表面积带来的使用优势。因此，具有合理孔道结构的超高比表面积聚合物微球材料的获得一直是科研工作者努力的目标。

合理的孔道结构既要有有利于快速传质的较大孔道，也要有保证吸附量的较小孔道，因此，复合型或梯度型孔道的多孔聚合物微球具有明显的使用优势，但较大孔道引起比表面积的降低使得具有上述孔道特征的超高比表面积聚合物微球制备成为难题。

本发明采用无稳定剂存在下的一步悬浮法制得梯度孔道结构的高交联聚合物树脂球，所得树脂球比表面积在1000 m²/g之上，是一种超高比表面积多孔聚合物微球。

说明书正文

发明内容

本发明提出了一种具有微孔结构超高比表面树脂球的制备方法。

本发明采用技术方案如下：

- 步骤1：称取单体，将其溶解在溶剂I中，得到溶液A。其中单体浓度为1~2 mol/L；
- 步骤2：将溶液A加入到盛有硅油的三口瓶内，开启搅拌。其中溶液A与硅油的体积比为1:8~15；
- 步骤3：搅拌10~30 min后，向其中加入溶有催化剂的溶剂I。其中催化剂与单体的物质的量比为1: 1~2，催化剂的浓度为1~2 mol/L；
- 步骤4：将体系温度设定为75~85 °C，保温持续反应6~18 h，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；
- 步骤5：将得到的黑褐色固体用溶剂II进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，再用水清洗3~5遍，得到红褐色固体；
- 步骤6：将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用溶剂III对其进行索氏提取，提取12~24 h后，经真空干燥即得具有微孔结构超高比表面树脂球。

说明书正文

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中所述单体可以是1,4-对二氯苳及其衍生物、对苯二甲醇及其衍生物中的一种。

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中溶剂I可以是1,2-二氯乙烷、氯仿、环己烷中的一种。

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中硅油可以是粘度(25 ℃, cps)大于1000的甲基硅油、乙基硅油、甲基含氢硅油、甲基苯基硅油、甲基羟基硅油、乙基含氢硅油中的一种。

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中催化剂可以是无水三氯化铁、无水三氯化铝中的一种。

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中溶剂II可以是甲醇、乙醇中的一种。

本发明所述具有微孔结构超高比表面树脂球制备过程中溶剂III可以是甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、氯仿中的一种。

说明书正文

附图说明



图注

图1是具有微孔结构超高比表面树脂球的制备工艺流程图

图2是具有微孔结构超高比表面树脂球的SEM照片

图3是具有微孔结构超高比表面树脂球的孔径分布曲线

图4是具有微孔结构超高比表面树脂球制备的BET曲线

说明书正文

具体实施方式

为了说明本发明的效果，列举实施例对本发明作进一步详细说明，但本发明并不仅限于这些实施例。

实施例1：具有微孔结构超高比表面树脂球的制备

说明书正文

实施例

由权利要求书还原实验步骤

称取**单体**，将其溶解在**溶剂I**中，得到溶液A。其中**单体**浓度为**X mol/L**；将溶液A加入到盛有**硅油**的三口瓶内，开启搅拌。其中溶液A与硅油的体积比为**1:10**；搅拌**X min**后，向其中加入溶有**催化剂**的**溶剂I**。其中**催化剂**与**单体**的物质的量分别为**x mol**和**x mol**，**催化剂**的浓度为**X mol/L**；将体系温度设定为**75-85 °C**，保温持续反应**6-18 h**，冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体；将得到的黑褐色固体用**溶剂II**进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，再用水清洗3-5遍，得到红褐色固体；将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用**溶剂III**对其进行索氏提取，在**X °C**提取**X h**，经真空干燥即得具有超微孔结构超高比表面树脂球。

说明书正文

实施例



8-10个

称取0.88g的1,4-对二氯苄，将其溶解在5mL的1,2-二氯乙烷中，得到溶液A，将其加入到盛有50mL甲基硅油（25℃，1000cps）的三口瓶内，开启搅拌。25 min后，向其中加入溶有0.81g无水三氯化铁的1,2-二氯乙烷溶液5mL。将体系温度升至75℃，保温反应18 h。冷却至室温后，离心分离得到黑褐色固体，用甲醇对其进行清洗，直至抽滤时滤液呈无色透明，再用水清洗3遍，得到红褐色固体。将得到的红褐色固体装入纱布袋，采用甲醇对其进行索氏提取16 h后，经真空干燥即得具有微孔结构超高比表面树脂球。

说明书正文

说明书附图

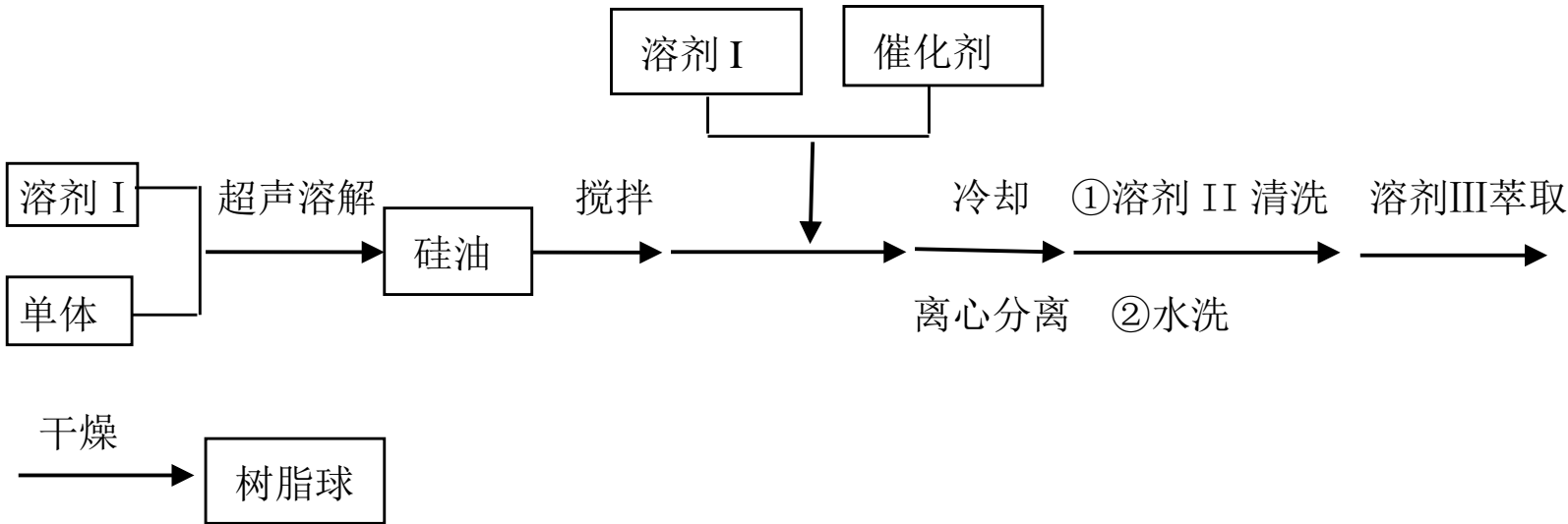


图 1 具有微孔结构超高比表面树脂球的制备工艺流程图

说明书正文

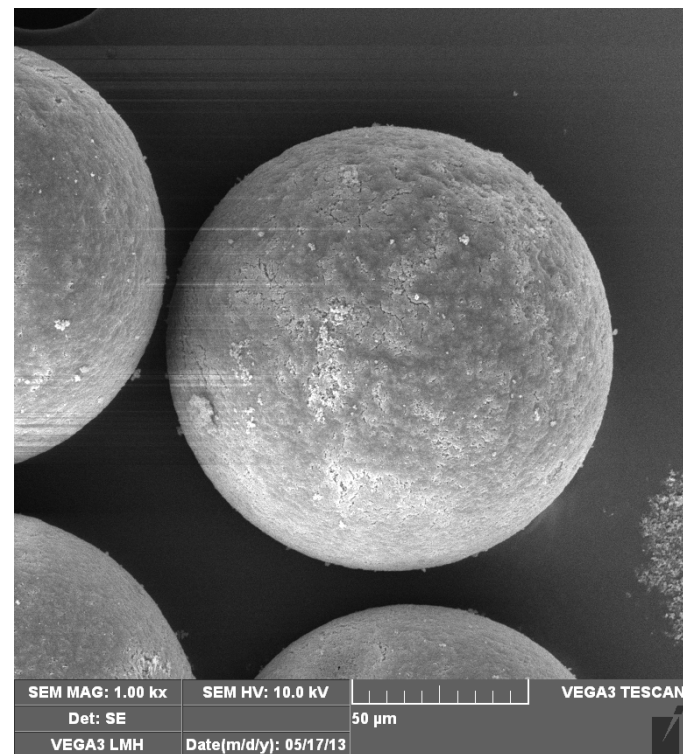
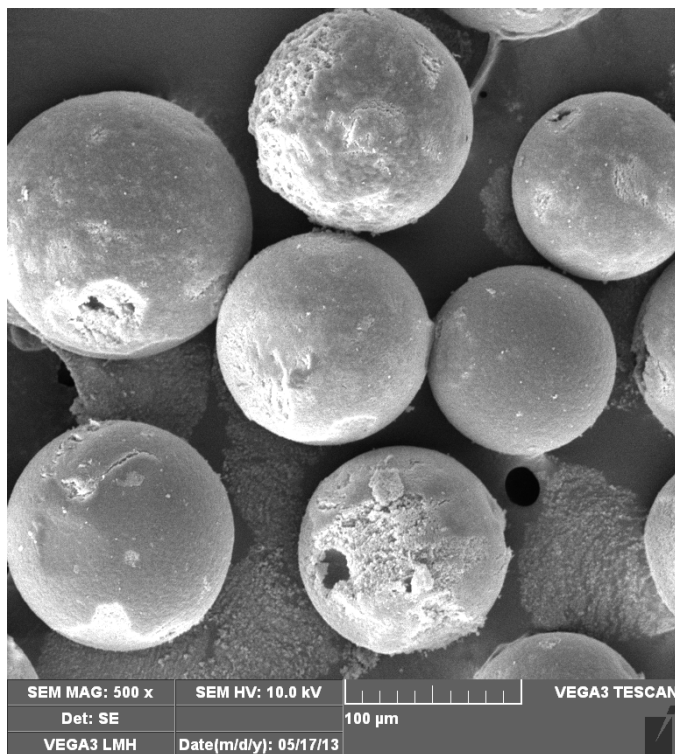


图 2 具有微孔结构超高比表面树脂球整体及表面的 SEM 照片

说明书正文

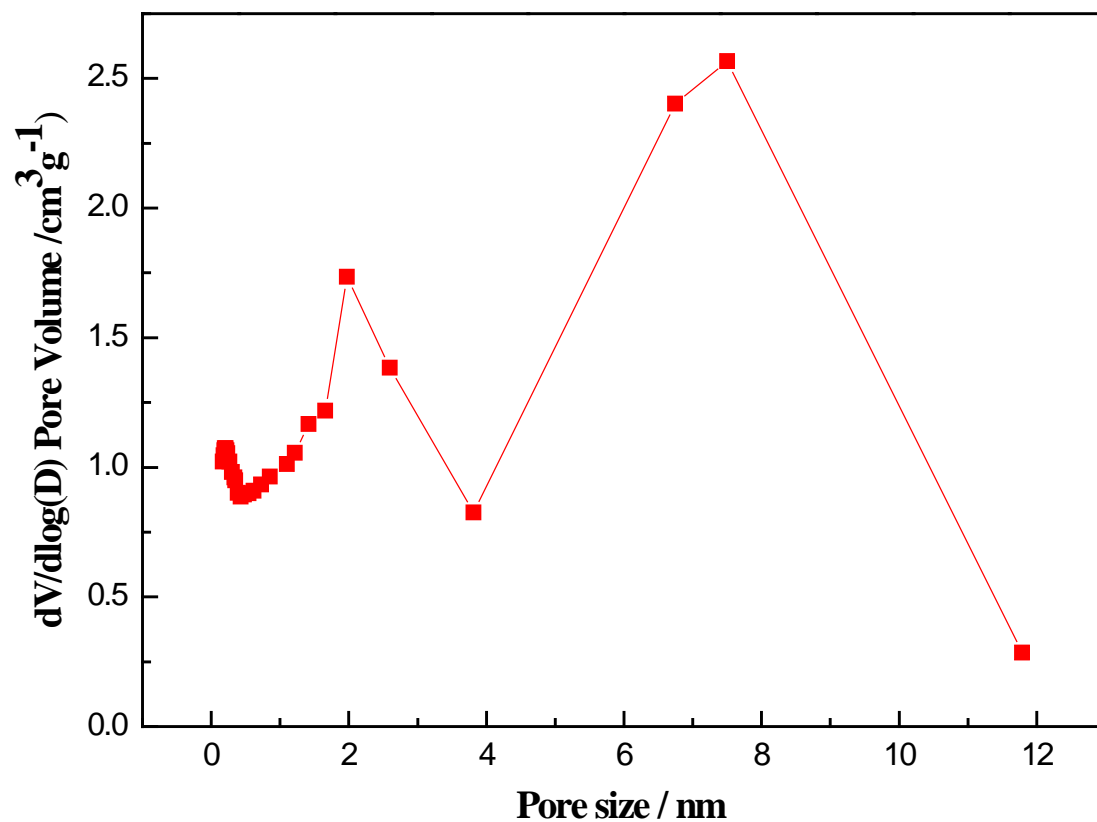


图 3 具有微孔结构超高比表面树脂球的孔径分布曲线

说明书正文

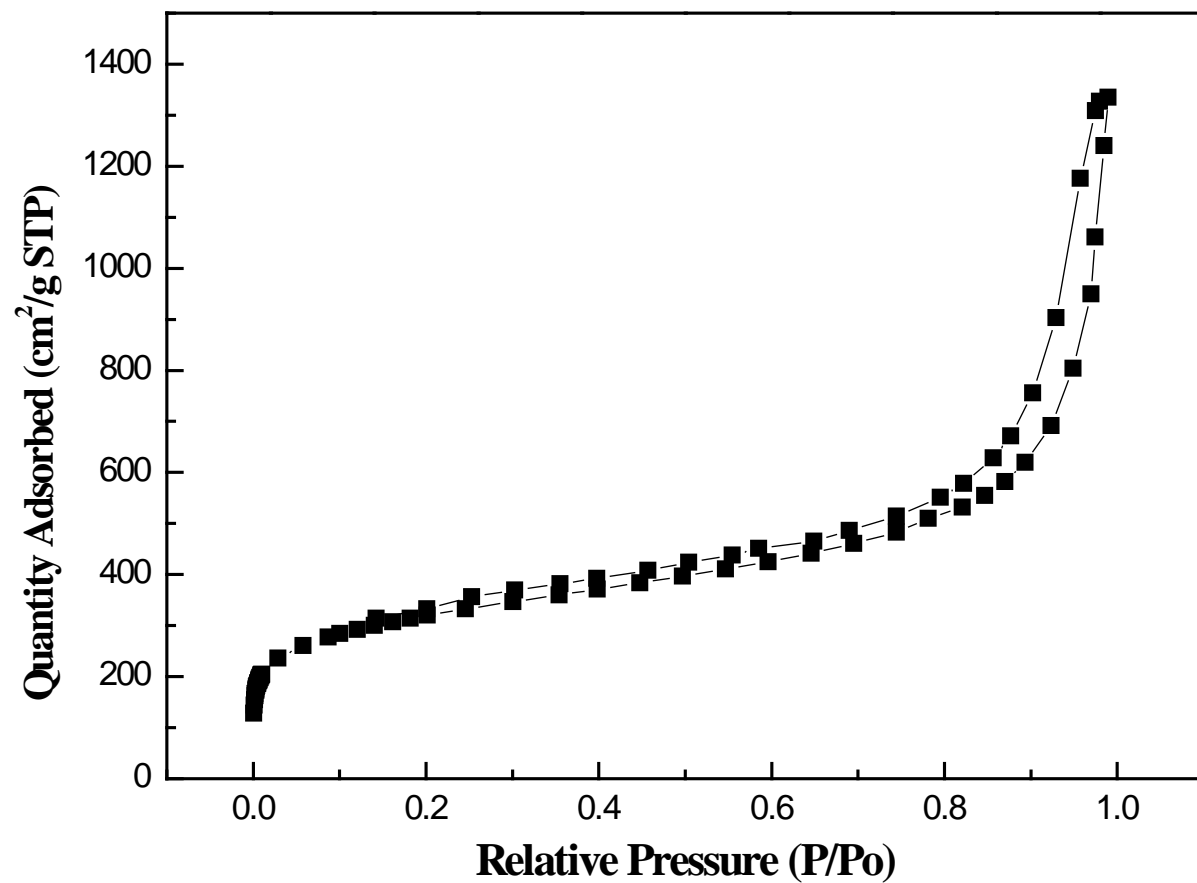


图 4 具有微孔结构超高比表面树脂球制备的 BET 曲线

专利撰写专题讲座



实践出真知