

利用二次回归正交组合设计优化超支化聚酯的改性工艺

贾 杰^{1,2}, 刘 洋^{1,2}, 杨 坤^{1,2}, 朱林晖², 杨 静^{1,2}

(1. 山东科技大学 矿山灾害预防控制省部共建国家重点实验室培育基地, 山东 青岛 266590;
2. 山东科技大学 化学与环境工程学院, 山东 青岛 266590)

摘 要:采用二次回归正交组合设计,以改性比、催化剂用量、反应时间、反应温度为考察因素,研究优化了超支化聚酯作为抑尘剂的改性工艺。结果表明,各因素对保水率的影响由大到小依次为:改性比、反应温度、催化剂用量、反应时间。最佳改性工艺条件为:改性比为 1.0 : 5.0、反应温度为 131℃、催化剂的质量分数为 1.00%、反应时间为 2.0 h。在最佳工艺条件下,改性超支化聚酯的保水率为 74.7%,实验验证结果与模型预测值相近,并且在自然条件下风蚀 15 天后样品的抑尘率为 81.5%。

关键词:超支化聚酯;季戊四醇;改性;硬脂酸;回归正交;抑尘剂

中图分类号: X513 文献标志码: A 文章编号: 1672-3767(2016)05-0075-07

Optimal Modification Technology of Hyperbranched Polyester by Quadric Regression Orthogonal Combination Test

JIA Jie^{1,2}, LIU Yang^{1,2}, YANG Kun^{1,2}, ZHU Linhui², YANG Jing^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Mining Disaster Prevention and Control Co-founded by Shandong Province and the Ministry of Science and Technology, Shandong University of Science and Technology, Qingdao, Shandong 266590, China; 2. College of Chemical and Environmental Engineering, Shandong University of Science and Technology, Qingdao, Shandong 266590, China)

Abstract: Quadric regression orthogonal combination test was employed to optimize the technology of modifying hyperbranched polyester as dust suppressant by investigating four factors, including modification ratio, catalyst dosage, reaction time and temperature. Results show that factors that influence water retention properties are modification ratio, reaction temperature, catalyst dosage and reaction time in descending order. The optimal technological conditions are when modification ratio is 1.0 : 5.0, temperature 131℃, catalyst dosage 1.00%, and reaction time 2.0 h. Under such conditions, the water retention rate of the modified hyperbranched polyester is 74.7%, which is close to model prediction value. The dust suppression rate of the sample is 81.5% after being exposed under natural conditions for 15 days.

Key words: hyperbranched polyester; pentaerythritol; modifying; stearic acid; regression orthogonal; dust suppressant

扬尘污染是导致空气质量下降的三大主导因素之一。随着城市建设的加速进行,大片建筑工地、散料堆场、未铺筑路面等易扬尘面裸露显现,使扬尘污染问题更加严峻。目前国内外对易扬尘路面的主要抑尘手段是洒水抑尘,洒水抑尘不仅造成大量水资源的浪费,而且有效抑尘时间短,冬季易结冰,其实际应用受到很大

收稿日期: 2015-11-25

基金项目: 国家自然科学基金-煤炭联合基金重点支持项目(U1261205); 矿山灾害预防控制省部共建国家重点实验室培育基地开放基金项目(MDPC2013KF09); 青岛经济技术开发区重点科技发展计划项目(2013-1-66); 山东省高等学校科技计划项目(J13LD07)

作者简介: 贾 杰(1990—),男,山东聊城人,硕士研究生,主要从事抑尘剂的制备及应用研究. E-mail: sdlcjiajie@126.com
杨 静(1969—),女,山东泰安人,教授,博士,主要从事抑尘剂和降尘剂的制备及应用研究,本文通信作者.
E-mail: kdyangjing@163.com

限制。使用具有保湿效果的氯化钠、氯化钙和硅酸钠等无机盐类溶液抑制扬尘,有效抑尘时间延长,还可防冻,但对轮胎和金属有严重的腐蚀作用,并对环境造成一定破坏^[1-3]。近年来,复合型化学抑尘剂受到了学者的广泛研究,并取得了一些成果^[2,4]。

超支化聚合物是一种具有高度支化结构、相对较低粘度、较大溶解度的聚合物,其末端含有大量易改性的基团,可根据性能需要进一步改性^[5-8]。由于超支化聚合物的低粘度、高溶解度等特点,使其在抑尘剂的应用中极大地增加了抑尘剂母液的固含量,增加了使用稀释倍率,大大降低了抑尘剂母液的运输成本。

本研究采用有核“准一步法”,以季戊四醇为核、N,N-二羟乙基-3-胺丙酸甲酯为臂,合成末端含大量羟基的超支化聚酯;以硬脂酸为改性剂、保水率为指标,利用回归正交组合设计,研究各因素对超支化聚酯改性的影响,同时研究了改性超支化聚酯的保水抑尘性能,旨在解决超支化聚酯的改性工艺和抑尘性能等问题,为超支化聚酯在抑尘领域的应用提供参考。

1 实验部分

1.1 主要试剂及仪器

二乙醇胺(diethanolamine,DEA),分析纯,天津市广成化学试剂有限公司;丙烯酸甲酯(methyl acrylate,MA),季戊四醇(pentaerythritol,PE),对甲苯磺酸(*p*-toluenesulfonic acid,*p*-TSA),硬脂酸(stearic acid),均为分析纯,天津市博迪化工股份有限公司。

Nicolet-380 型傅里叶变换红外光谱仪;DF-1 型集热式磁力搅拌器,江苏金坛市金城国胜实验仪器厂;YP6102 型电子天平,上海正光医疗仪器有限公司;SHB-3 型循环水式多用真空泵。

1.2 实验过程

1.2.1 N,N-二羟乙基-3-胺丙酸甲酯的合成^[9]

将配有回流冷凝管、氮气导入管、温度计和磁力搅拌子的三口瓶置于磁力搅拌器上,加入 0.100 0 mol DEA 和 10 mL 甲醇。在磁力搅拌和氮气流下,待 DEA 完全溶解后,用恒压滴液漏斗缓慢滴加 0.100 0 mol MA,滴加完毕后升温至 35℃ 保持 4 h,然后抽真空除去甲醇,得淡黄色透明油状液体 N,N-二羟乙基-3-胺丙酸甲酯(AB₂ 型单体)。

1.2.2 端羟基超支化聚酯的合成^[10]

将配有回流冷凝管、氮气导入管、温度计和磁力搅拌子的三口烧瓶置于磁力搅拌器上,加入 0.002 5 mol 季戊四醇、0.010 0 mol AB₂ 型单体和 0.019 0 g *p*-TSA。在磁力搅拌和氮气流下,120℃ 常压恒温反应 3 h,抽真空除去生成的甲醇,得到一代超支化聚酯(hyperbranched polyester,HBPE1)(图 1(a));加入 2 倍量的 AB₂ 型单体和 *p*-TSA,相同条件下反应,得到二代超支化聚酯(HBPE2)(图 1(b));以此类推,得到三代超支化聚酯(HBPE3)(图 1(c))。

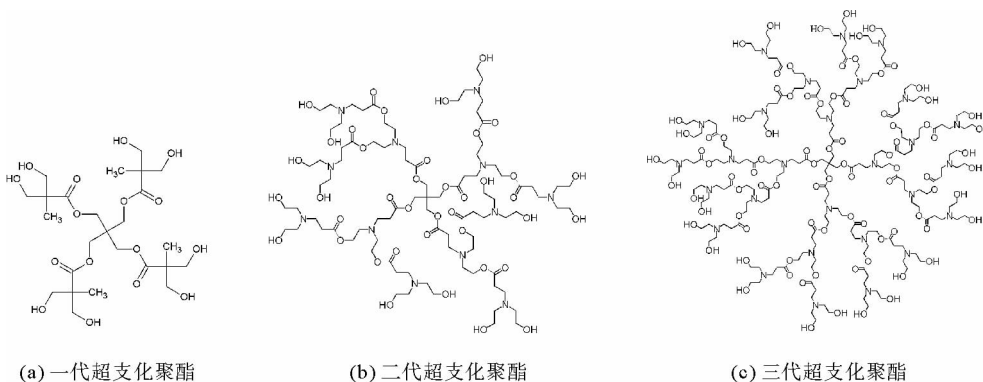


图 1 HBPE1、HBPE2 和 HBPE3 的理想分子式

Fig. 1 The idealized formulas of the HBPE1, HBPE2 and HBPE3

1.2.3 三代超支化聚酯的改性

于三口烧瓶中加入一定配比的 HBPE3、硬脂酸和所需的 *p*-TSA,在一定温度下磁力搅拌反应一定时间,得到改性超支化聚酯(Modified HBPE3)。

1.3 抑尘剂的抑尘性能测试

端羟基超支化聚酯具有良好的亲水性和柔韧性,引入长链烷基结构后,可形成轻度交联的三维空间网络结构,将粉尘颗粒粘结在一起,同时亲水的端羟基与水结合,从而达到保水固尘的效果。以质量分数为 4.00% 的改性超支化聚酯溶液作为抑尘剂,研究其抑尘性能。

1.3.1 抑尘剂的保水性测试^[11]

取 70 g 粒径小于 0.25 mm 的沙样,置于直径为 90 mm 的玻璃培养皿中,按照 2.0 L/m² 的量将抑尘剂喷洒在样品表面,30℃ 下干燥 8 h 后,称其质量 w_1 ,按式(1)计算样品的保水率。

$$y = \frac{w_0 - w_1}{w} \times 100\% \quad (1)$$

式中: y 为保水率,%; w_0 为喷洒抑尘剂后样品的质量,g; w_1 为干燥 8 h 后样品的质量,g; w 为喷洒抑尘剂的质量,g。

1.3.2 抑尘剂的抑尘性能测试

取 70 g 粒径小于 0.25 mm 的沙样,置于直径为 90 mm 的玻璃培养皿中,按照 2.0 L/m² 的量将抑尘剂喷洒在样品表面,将其置于室外自然环境下,每天称 1 次质量,连续实验 15 天,按式(2)计算抑尘率。

$$\eta = \frac{w_i}{w_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中: η 为抑尘率,%; w_0 为喷洒抑尘剂后样品的质量,g; w_i 为第 i 天样品的质量,g。

2 结果与讨论

2.1 改性超支化聚酯合成条件的选择

依据有关正交实验设计^[12]原理,采用四因子二次回归正交组合设计法建立数学模型,以保水率为指标,研究改性比、催化剂用量、反应时间和反应温度对超支化聚酯改性过程的影响。

2.1.1 回归正交实验设计

实验考虑的因素为 x_j ($j=1,2,3,4$), x_1 代表改性比($n(\text{HBPE3}) : n(\text{硬脂酸})$), x_2 代表催化剂的质量分数(以单体为基准), x_3 代表反应时间, x_4 代表反应温度。各实验因素区间设计为 $1 : 0.8 \leq x_1 \leq 1 : 7.2$, $0.68\% \leq x_2 \leq 1.32\%$, $1.7 \text{ h} \leq x_3 \leq 3.3 \text{ h}$, $114 \text{ }^\circ\text{C} \leq x_4 \leq 146 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

取零水平实验次数 $m_0 = 4$,二水平实验次数 $m_c = 2^m = 16$ (全实施),星号实验次数 $m_\gamma = 2m = 8$ (其中, m

为实验因素的个数)。星号臂长 $\gamma = \sqrt{\frac{\sqrt{(m_c + 2m + m_0)m_c} - m_c}{2}} = 1.607$,然后通过公式(3),即

$$z_j = \frac{x_j - x_{j0}}{\Delta_j} \quad (3)$$

将因素 x_j 的各个水平进行线性变换,转化为无量纲的规范变量 z_j ,可得出自然变量和规范变量之间的关系,见表 1。根据因素个数 m 和实施方式(全实施),选用 $L_{16}(2^{15})$ 正交表(第 1、2、4、8 列),确定二水平实验方案,再增加星号实验和零水平实验,共进行 28 次实验,以保水率为评价指标,建立回归方程,预测超支化聚酯的最佳改性条件,具体实施方案和实验结果如表 2 所示。

表 1 因素水平的编码表

Tab.1 The coding table of factors and levels

z_j	x_1	$x_2/\%$	x_3/h	$x_4/^\circ\text{C}$
γ	1 : 7.2	1.32	3.3	146
1	1 : 6.0	1.20	3.0	140
0	1 : 4.0	1.00	2.5	130
-1	1 : 2.0	0.80	2.0	120
$-\gamma$	1 : 0.8	0.68	1.7	114
Δ_j	1 : 2.0	0.20	0.5	10

注:零水平 $x_{j0} = \frac{x_{j\gamma} + x_{j-\gamma}}{2}$,变化间距 $\Delta_j = \frac{x_{j\gamma} - x_{j-\gamma}}{\gamma}$

根据表 2 的结果,计算各项的偏回归系数,以此建

立改性超支化聚酯的保水率与改性比、催化剂用量、反应时间和反应温度 4 个因子的规范变量的数学回归模型:

$$y = 0.592 + 0.093z_1 + 0.025z_2 + 0.020z_3 + 0.019z_4 - 0.030z_1z_2 - 0.027z_1z_3 + 0.035z_1z_4 - 0.026z_2z_3 - 0.002z_2z_4 - 0.004z_3z_4 - 0.089z_1' - 0.002z_2' - 0.001z_3' - 0.074z_4' \quad (4)$$

表 2 二次回归正交实验设计及结果

Tab. 2 Design and results of quadric regression orthogonal test

No.	z_1	z_2	z_3	z_4	z_1z_2	z_1z_3	z_1z_4	z_2z_3	z_2z_4	z_3z_4	z_1'	z_2'	z_3'	z_4'	y
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.685
2	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.568
3	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.699
4	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.568
5	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.689
6	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.566
7	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.691
8	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.556
9	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.517
10	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.553
11	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.527
12	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.529
13	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.502
14	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.516
15	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.302
16	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	0.244	0.244	0.244	0.244	0.307
17	1.607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.827	-0.756	-0.756	-0.756	0.712
18	-1.607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.827	-0.756	-0.756	-0.756	0.278
19	0	1.607	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	1.827	-0.756	-0.756	0.724
20	0	-1.607	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	1.827	-0.756	-0.756	0.715
21	0	0	1.607	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	1.827	-0.756	0.725
22	0	0	-1.607	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	1.827	-0.756	0.722
23	0	0	0	1.607	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	1.827	0.521
24	0	0	0	-1.607	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	1.827	0.547
25	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	-0.756	0.724
26	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	-0.756	0.695
27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	-0.756	0.709
28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.756	-0.756	-0.756	-0.756	0.719

注: z_1', z_2', z_3', z_4' 为平方项中心化之后的值。

2.1.2 回归模型的显著性检验

采用 F 检验法对回归模型进行偏回归系数的显著性检验、回归模型的显著性和失拟性检验^[13], 方差分析结果见表 3。

1) 回归模型的显著性检验

$F_R = 12.573 > F_{0.01}(14, 13) = 3.857$, 所建立的回归模型有十分显著 (***) 的线性关系。

2) 偏回归系数的显著性检验

由表 3 可知,显著性水平达到 0.010 的因素有一次项 z_1 ,二次项 z_1', z_4' ;显著性水平达到 0.025 的因素有交互项 $z_1 z_4$;显著性水平达到 0.050 的因素有一次项 z_2 ,交互项 $z_1 z_2$;显著性水平达到 0.100 的因素有一次项 z_3 ,交互项 $z_1 z_3, z_2 z_3$;其他偏回归系数对应的显著性(α)值均大于 0.100,所以因素 x_1 和 x_4 对保水率有十分显著(***)的影响,因素 x_2 对保水率有较显著(**)的影响,因素 x_3 对保水率也略有显著(*)影响。由方差分析得各因素对保水率的影响由大到小顺序依次为:改性比、反应温度、催化剂用量、反应时间。

3) 回归模型的失拟性检验

$F_{L_f} = 19.952 < F_{0.01}(10, 3) = 27.229$,方程失拟不显著,说明选用的二次回归模型较合适。

表 3 方差分析表

Tab. 3 The table of variance analysis

方差来源	偏回归系数	偏差平方和	自由度	均方和	F	显著性水平
常数项	0.592	—	—	—	—	—
z_1	0.093	0.183	1	0.183	71.693	0.001
z_2	0.025	0.013	1	0.013	5.237	0.040
z_3	0.020	0.008	1	0.008	3.299	0.092
z_4	0.019	0.008	1	0.008	3.074	0.103
$z_1 z_2$	-0.030	0.014	1	0.014	5.674	0.033
$z_1 z_3$	-0.027	0.012	1	0.012	4.514	0.053
$z_1 z_4$	0.035	0.020	1	0.020	7.774	0.015
$z_2 z_3$	-0.026	0.011	1	0.011	4.265	0.059
$z_2 z_4$	-0.002	0.001	1	0.001	0.021	0.888
$z_3 z_4$	-0.004	0.001	1	0.001	0.117	0.738
z_1'	-0.089	0.106	1	0.106	41.678	0.001
z_2'	-0.002	0.001	1	0.001	0.028	0.871
z_3'	-0.001	0.001	1	0.001	0.003	0.958
z_4'	-0.074	0.073	1	0.073	28.764	0.001
回归	—	0.449	14	0.032	$F_R = 12.573$	0.001
残差	—	0.033	13	0.003	—	—
失拟	—	0.033	10	0.003	$F_{L_f} = 19.952$	—
误差	—	0.001	3	0.001	—	—
总计	—	0.482	27	—	—	—

注: $F_{0.05}(14, 13) = 2.556, F_{0.01}(14, 13) = 3.857, F_{0.01}(10, 3) = 27.229$

通过以上分析表明,该回归模型可很好地用来反映保水率与四个因子之间的数学关系。

2.1.3 最优实验方案的确定

在 $\alpha = 0.100$ 显著水平上剔除不显著项后,得到优化后的回归模型

$$y = 0.715 + 0.093z_1 + 0.025z_2 + 0.020z_3 - 0.030z_1 z_2 - 0.027z_1 z_3 + 0.035z_1 z_4 - 0.026z_2 z_3 - 0.089z_1' - 0.074z_4' \quad (5)$$

1) 响应面法分析回归模型

由于因素 x_2, x_3 影响保水率 y 的显著性较小,因此固定回归方程(5)中的 $z_2 = 0, z_3 = 0$ (即 $x_2 = 1.00\%, x_3 = 2.5 \text{ h}$),绘制保水率 y 与 z_1, z_4 的曲面图和等高线(图 2)。可以看出,在一定条件范围内,随着改性比和温度的增加,保水率均增加;但超过一定范围后,高改性比与高温都会使保水率降低,因此最适宜范围为 z_1 在 0 与 1 之间, z_4 在 -0.5 与 0.5 之间。

2) 回归方程规划求解

用 Excel 对回归方程(5)进行规划求解,预测最优规范变量值,再根据编码公式(3)得到最佳实验方案,分析结果见表 4, z_1 、 z_4 的取值与响应面法分析的最适宜范围相符。在实验范围内,当改性比为 1.0 : 5.0, 催化剂用量为 1.30%, 反应时间为 1.7 h, 反应温度为 131 °C 时, 预测可能取得最大保水率为 0.813。

在最佳预测条件下进行实验,得到保水率为 0.752, 但实验过程中,反应比较剧烈,容易引发副反应,不易控制。为了降低反应的剧烈程度和减少副反应的发生,适当降低催化剂用量并延长反应时间,最终选择反应条件为:改性比为 1.0 : 5.0, 催化剂用量为 1.00%, 反应时间为 2.0 h, 反应温度为 131 °C, 所合成改性超支化聚酯的保水率为 0.747, 与预测保水率相近。

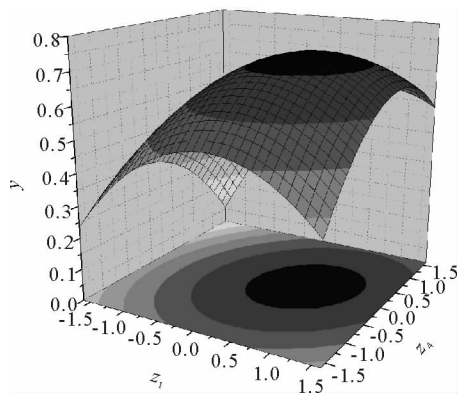


图 2 回归模型的响应面

Fig. 2 The response surface of regression model

表 4 规划求解

Tab. 4 Programming solver

y	z_1	z_2	z_3	z_4	x_1	$x_2/\%$	x_3/h	$x_4/^\circ\text{C}$
0.813	0.520	1.607	-1.607	0.123	1.0 : 5.0	1.30	1.7	131

2.2 超支化聚合物的红外光谱表征

等量 HBPE3 和 Modified HBPE3 的红外光谱图如图 3 所示。

与改性前的超支化聚酯(HBPE3)相比,改性超支化聚酯(Modified HBPE3)在 3 411 cm^{-1} 附近处的羟基吸收峰面积减小,原料硬脂酸在 1 710 ~ 1 725 cm^{-1} 之间的羧基羰基吸收峰已消失,在 2 881 和 2 950 cm^{-1} 处的甲基和亚甲基吸收峰明显变强,证明 HBPE3 的端羟基已被部分改性,硬脂酸反应完全;1 733 cm^{-1} 处为羰基振动吸收峰,1 054 cm^{-1} 处为 C—O 的不对称伸缩振动吸收峰,1 620 cm^{-1} 是催化剂对甲苯磺酸中苯环的吸收峰,1 178 cm^{-1} 处为 C—N 的振动吸收峰。

2.3 抑尘剂的抑尘性能

以抑尘率为指标,研究抑尘剂的抑尘性能,结果如图 4 所示。在自然环境下,只洒水的沙土样,表面疏松,在第 4 天就被风吹散,抑尘率降到 30% 以下,说明水对沙土没有凝并效果。而喷洒抑尘剂的沙土样表面固结成壳,3 天后抑尘率基本不再变化,15 天后抑尘剂的抑尘率仍高达 81.5%,减少的质量主要是来自抑尘剂中的水分,而沙土样几乎没有减少,说明所配制抑尘剂具有良好的固尘固沙性能。

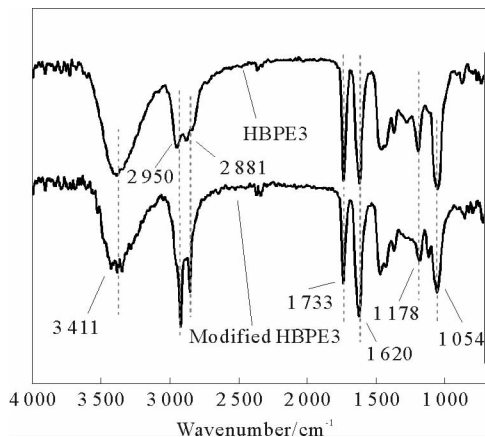


图 3 HBPE3 和 Modified HBPE3 的红外光谱图

Fig. 3 FT-IR spectra of HBPE3 and modified HBPE3

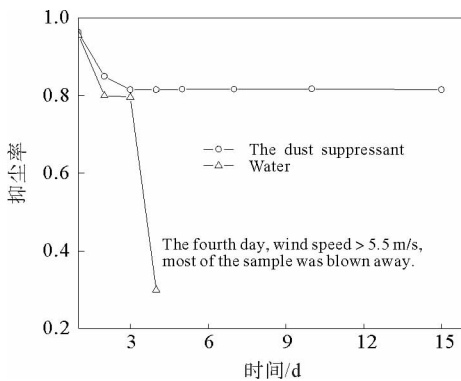


图 4 水和抑尘剂对样品的抑尘率

Fig. 4 The rate of dust suppression of water and dust suppressant for sample

3 结论

1) 采用有核“准一步法”,以季戊四醇为核,N,N-二羟乙基-3-胺丙酸甲酯为单体,硬脂酸为改性剂,合成了三代改性超支化聚酯。

2) 改性超支化聚酯的保水率与反应条件的回归模型为

$$y=0.715+0.093z_1+0.025z_2+0.020z_3-0.030z_1z_2-0.027z_1z_3+0.035z_1z_4-0.026z_2z_3-0.089z_1^2-0.074z_4^2$$

3) 各因素对保水率的影响由大到小顺序依次为:改性比、反应温度、催化剂用量、反应时间;回归模型的显著性检验 $F_R = 12.573 > F_{0.01}(14,13) = 3.857$,极显著;回归模型的失拟性检验 $F_{L_f} = 19.952 < F_{0.01}(10,3) = 27.229$,方程失拟不显著。超支化聚酯的最佳改性条件为:改性比为 1.0 : 5.0、催化剂用量为 1.00%、反应时间为 2.0 h、反应温度为 131 °C,在此条件下合成的改性超支化聚酯的保水率为 0.747。

4) 喷洒抑尘剂的样品在自然条件下风蚀 15 天后,抑尘率仍高达 81.5%,表明改性超支化聚酯具有良好的抗风蚀性能,在抑尘领域有着很好的应用前景。

参考文献:

- [1]吴超.化学抑尘剂[M].长沙:中南大学出版社,2003:3-15.
- [2]杨静,刘丹丹,祝秀林,等.化学抑尘剂的研究进展[J].化学通报,2013,76(4):346-353.
YANG Jing,LIU Dandan,ZHU Xiulin,et al. Progress of chemical dust suppressant[J]. Chemistry,2013,76(4):346-353.
- [3]杨静,王英锋,吴亚敏,等.多元逐步回归分析煤尘的凝并特性[J].山东科技大学学报(自然科学版),2015,34(3):85-90.
YANG Jing,WANG Yingfeng,WU Yamin,et al. Multiple stepwise regression analysis of coal dust's coagulation[J]. Journal of Shandong University of Science and Technology (Natural Science),2015,34(3):85-90.
- [4]杜翠凤,蒋仲安,许彦,等.粘结性抑尘剂抑制露天煤场扬尘的工业试验[J].金属矿山,2005(3):55-57.
DU Cuifeng,JIANG Zhongan,XU Yan,et al. Industrial test on depression of flying dust at open coal yard by cohesive dust depressor[J]. Metal Mine,2005(3):55-57.
- [5]张林雅,矫庆泽,赵芸,等.紫外光固化超支化聚酯的合成及性能[J].化学学报,2011,69(17):2031-2038.
ZHANG Linya,JIAO Qingze,ZHAO Yun,et al. Synthesis and properties of UV-curable hyperbranched polyester[J]. Acta Chimica Sinica,2011,69(17):2031-2038.
- [6]寇会光,朱胜武.超支化聚酯的改性及其结晶性能的研究[J].高等学校化学学报,2001,22(8):1410-1413.
KOU Huiguang,ZHU Shengwu. Crystalline characters of modified hyperbranched polyester[J]. Chemical Journal of Chinese Universities,2001,22(8):1410-1413.
- [7]魏焕郁,施文芳.超支化聚合物的结构特征、合成及其应用[J].高等学校化学学报,2001,22(2):338-344.
WEI Huanyu,SHI Wenfang. Structural characteristics, syntheses and applications of hyperbranched polymers[J]. Chemical Journal of Chinese Universities,2001,22(2):338-344.
- [8]唐黎明,张晓龙,李伟,等.脂肪型超支化聚酯的端基改性研究[J].高等学校化学学报,2000,21(12):1950-1953.
TANG Liming,ZHANG Xiaolong,LI Wei,et al. Studies on modification of end groups of aliphatic hyperbranched polyester [J]. Chemical Journal of Chinese Universities,2000,21(12):1950-1953.
- [9]陆玉,林德,魏焕郁,等.超支化聚(胺-酯)的分子设计及其制备[J].高分子学报,2000(4):411-414.
LU Yu,LIN De,WEI Huanyu,et al. Synthesis and characterization of hyperbranched poly(amine-ester)[J]. Acta Polymerica Sinica,2000(4):411-414.
- [10]刘丹丹.改性超支化聚酯的合成及其抑尘性能[D].青岛:山东科技大学,2014:33-43.
- [11]张雷波,焦姣,赵雪艳,等.生态友好型抑尘剂的制备及性能[J].农业工程学报,2013,29(18):218-225.
ZHANG Leibo,JIAO Jiao,ZHAO Xueyan,et al. Study on preparation and properties of eco-friendly dust suppressant[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering,2013,29(18):218-225.
- [12]李云雁,胡传荣.试验设计与数据处理[M].北京:化学工业出版社,2008:171-199.
- [13]刘静波,陶旭,姜玮,等.利用二次回归正交旋转组合设计优化鸡蛋壳膜唾液酸提取工艺[J].吉林大学学报(工学版),2012,42(4):1071-1076.
LIU Jingbo,TAO Xu,JIANG Wei,et al. Technology optimization of sialic acid isolation from hen eggshell membrane by quadric regression orthogonal rotary tests[J]. Journal of Jilin University (Engineering and Technology Edition),2012,42(4):1071-1076.